Beiheft zu »Mikrochemie« VIII (1930), 2.

# RÖNTGENOGRAPHISCHE UNTERSUCHUNGEN

Seite

F. Regler: Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen . 1
M. C. Neuburger: Röntgenographie und Chemie . . . . 41
M. Jona: Über einen Hochspannungsgenerator für Materialuntersuchungen . . . . . 49
V. Swietochowski: Eine neue fahrbare Röntgeneinrichtung für Werkstattbetrieb . . . . . 55

Mit 3 Abbildungen im Text und 8 Tafeln.

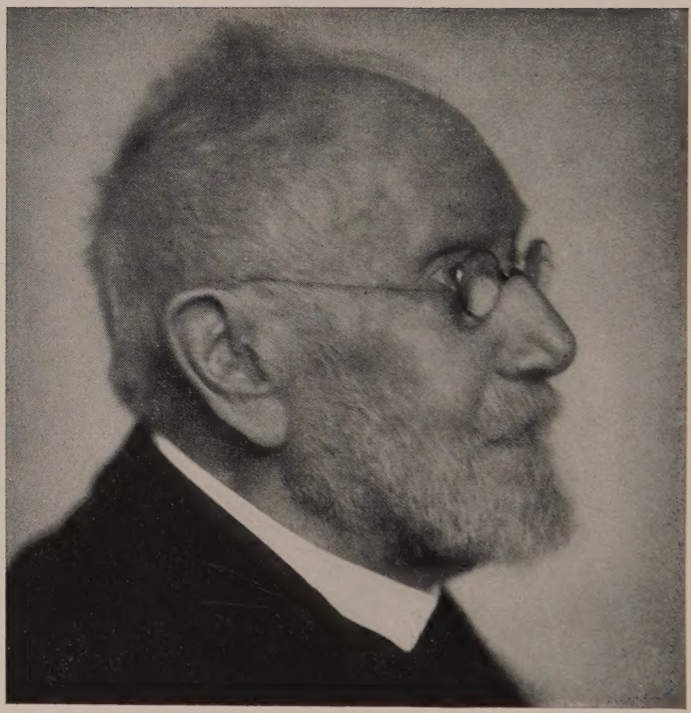
EMIL HAIM & CO.
WIEN UND LEIPZIG

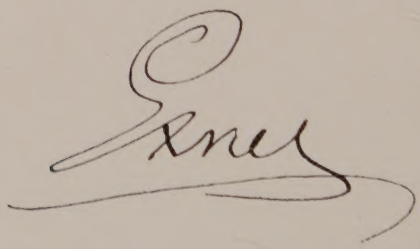
# Führende Firmen bevorzugen

## für die Material-Prüfung mit Röntgenstrahlen

2262

C.H.F.MÜLLER AKTIENGESELLSCHAFT
FABRIKATION u. VERTRIEB FÜR ÖSTERREICH G.M.B.H.
WIEN VIII
ALSERSTR. 69/71





*WILHELM EXNER,*

*DEM UNERMÜDLICHEN WEGBEREITER AUF DEM GEBIETE DES TECHNISCHEN VERSUCHSWESENS, ENTBIETEN ZUM 90. GEBURTSTAG DIE HERZLICHSTEN GLÜCKWÜNSCHE*

*DIE VERFASSER UND DER VERLEGER*

# Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

Von **F. Regler**, Wien.

(Mit 6 Tafeln.)

Der erste Teil der nachfolgenden Abhandlung ist als kurze Einführung in das Gebiet der Röntgenphysik gedacht, um die weiteren Ausführungen und Artikel dem Leser verständlich zu machen. Es ist also dieser Teil nur als Zusammenfassung bekannter Tatsachen zu betrachten, der von dem auf diesem Gebiet bereits erfahrenen Fachmann, unbeschadet für das Verständnis des zweiten Teiles, überschlagen werden kann.

## Physikalische Grundlagen der Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

In den Sitzungsberichten der Physikalisch-medizinischen Gesellschaft erschien im Jahre 1895, also vor 35 Jahren, im Heft Nr. 9, Seite 132, eine vorläufige Mitteilung W. C. RÖNTGEN's: „Über eine neue Art von Strahlen." In dieser Abhandlung sind bereits alle wichtigen Eigenschaften der Röntgenstrahlen mit Ausnahme der Angaben über die Natur der Röntgenstrahlen und demgemäß auch über die Beugungs- und Interferenzerscheinungen derselben qualitativ besprochen.

Über die Natur der Röntgenstrahlung war bis zum Jahre 1912 allerdings nichts Sicheres bekannt. Erst die grundlegenden Versuche von M. v. LAUE, W. FRIEDRICH und P. KNIPPING[1]) bewiesen einwandfrei die Wellennatur der Röntgenstrahlung. Die Arbeiten dieser Forscher ermöglichten erst die heute so selbstverständlich

[1]) W. FRIEDRICH, P. KNIPPING u. M. LAUE, Sitzungsber. d. bayr. Akademie d. Wissensch., math.-phys. Klasse, S. 303, 1912.

erscheinende Anwendung der Röntgenstrahlen zur Untersuchung der Kristallgitterstruktur eines Körpers. Nachstehende Tabelle zeigt die Einordnung der Röntgenstrahlen in das große Gebiet der elektromagnetischen Schwingungen. (Tabelle I.)

Tabelle I.

*Das Gesamtspektrum der elektromagnetischen Wellen mit ihren Wellenlängen.*

| Strahlenart | Wellenlänge |
|---|---|
| Drahtlose Telegraphie und Radiowellen . | über 100 m |
| HERTZ'sche Wellen . . . . . | 100 m bis 1 m |
| Langwelliges Ultrarot . . . . . | 1 mm bis 0,01 mm |
| Kurzwelliges Ultrarot (Wärmestrahlen) . | 10 $\mu$ bis 0,7 $\mu$ |
| Sichtbares Licht . . . . . | 700 m$\mu$ bis 400 m$\mu$ |
| Langwelliges Ultraviolett . . . . . | 400 m$\mu$ bis 100 m$\mu$ |
| Kurzwelliges Ultraviolett . . . . . | 100 m$\mu$ bis 1 m$\mu$ |
| Langwellige Röntgenstrahlen . . . . . | 10 Å bis 0,5 Å |
| Diagonostische Röntgenstrahlen . . . . | 0,5 Å bis 0,3 Å |
| Therapeutische Röntgenstrahlen . . . . | um 0,2 Å |
| $\gamma$-Strahlung radioaktiver Stoffe . . . . | unter 0,1 Å |
| Durchdringende Höhenstrahlung . . . . | um 0,001 Å |

Allgemein bekannt sind die elektrischen Entladungserscheinungen in Röhren, die mit Gasen von einigen Millimetern Hg-Druck gefüllt sind und seit HITTORF, der sich als erster mit den Entladungserscheinungen in den sogenannten Geißler'schen Röhren beschäftigt hat, eingehend studiert wurden. Aber erst viel später gelang es CROOKES, elektrische Entladungen in Röhren mit einem außerordentlich geringen Gasdruck herzustellen. Dabei konnten an den in diesen Röhren entstehenden „Strahlen" Erscheinungen beobachtet werden, die in Geißler'schen Röhren überhaupt nicht oder nur sehr schwach nachzuweisen waren. Diese Strahlung, deren Ausgangspunkt immer nur die Kathode ist, führt ausschließlich negative elektrische Ladungen mit sich, wie sich durch die Ablenkung der Strahlung unter dem Einfluß elektrischer und magnetischer Kraftfelder erkennen läßt, und besitzt eine Geschwindigkeit, die nahe an die des Lichtes heranreicht. Die Strahlung enthält keine materiellen Partikel und wird durch Körper

absorbiert. Die Richtung der Strahlung ist von der Anordnung der Anode in der Röhre unabhängig und ist gegeben durch eine Senkrechte auf die Kathode. Der Ausgangsstelle der Strahlung entsprechend, hat man sie Kathodenstrahlung benannt. Wo die Kathodenstrahlen die Glaswand der Röhre treffen, erregen sie lebhafte Fluoreszenz.

Die von den Kathodenstrahlen getroffenen Stellen der Crookes' schen Röhre, bezw. alle von Kathodenstrahlen getroffenen Körper, werden zum Ausgangspunkt für neue Strahlen, die zum erstenmal von RÖNTGEN entdeckt wurden und denen er den Namen X-Strahlen gab. Diese neue Strahlenart, die heute allgemein unter dem Namen Röntgenstrahlen bekannt ist, ist von der oben besprochenen Kathodenstrahlung vollständig verschieden. Die Röntgenstrahlen breiten sich bekanntlich gleichmäßig nach allen Richtungen des Raumes aus und sind durch elektrische sowie magnetische Kraftfelder unbeeinflußbar. Sie führen weder elektrische Ladungen noch materielle Partikel mit sich. Erfahrungsgemäß verdanken die Röntgenstrahlen ihre große Bedeutung der starken Durchdringungsfähigkeit auch für dichtere Substanzen.

Es steht nun die Frage nach der physikalischen Entstehungsursache sowie der Natur dieser auf oben beschriebene Art entstehenden Strahlung. Die Untersuchungen haben ergeben, daß die Kathodenstrahlung immer aus rasch fliegenden Elektronen besteht. Werden diese Elektronen in ihrer Bewegung stark gehemmt, so entstehen Röntgenstrahlen. Es ist für die Entstehung von Röntgenstrahlen vollständig belanglos, ob die Elektronen durch Stoßionisation in evakuierten Röhren, durch Glühen von Metallen oder auf photoelektrischem Wege entstanden sind. Wesentlich für die Entstehung der Röntgenstrahlen ist bloß die rasche Änderung der Geschwindigkeit (Bremsung) der Elektronen. Daher heißt die nur durch Bremsung der Elektronen entstandene, keine Eigenstrahlung[2]) enthaltende Röntgenstrahlung Bremsstrahlung. Da die Geschwindigkeit v eines Elektrons im Vakuum bei der Spannung V gegeben ist durch die Formel $v = \sqrt{\frac{2eV}{m}}$, wobei e die Ladung und m die Masse eines Elektrons bedeuten, sehen wir, daß zur Erzeugung starker Geschwindigkeitsänderungen bei der Bremsung

[2]) Siehe unten.

hohe Elektronengeschwindigkeit, also auch hohe Feldstärken, somit hohe elektrische Spannungen nötig sind. Aus der obigen Formel bekommen wir die Geschwindigkeit der Elektronen v in $\frac{cm}{sek}$, wenn wir e und V in elektromagnetischen Einheiten, m in Gramm messen. Da ein Volt gleich $10^8$ elektromagnetische Einheiten und $\frac{e}{m} = 1{,}77 \cdot 10^7 \frac{\text{el. magn. Einh.}}{g}$ sind, so ergibt sich für die Geschwindigkeit v die Formel

$$v = \sqrt{2 \cdot V \cdot 10^8 \cdot 1{,}77 \cdot 10^7} = 5{,}95 \cdot 10^7 \sqrt{V} \frac{cm}{sek},$$

wobei jetzt V in Volt gerechnet werden muß. Da die Elektronen diese hohen Geschwindigkeiten ohne nennenswerte Bremsung durch die Gasmoleküle nur im stark luftverdünnten Raum erhalten können, ist es bis heute nicht geglückt, Röntgenstrahlen technisch durch Entladungen in nichtevakuierten Röhren herzustellen.

Wird ein mit der Geschwindigkeit v fliegendes Elektron durch ein in seine Flugbahn gebrachtes Hindernis plötzlich abgebremst, so breitet sich eine Energie, und zwar eine elektromagnetische Störung oder ein Impuls mit Lichtgeschwindigkeit im Raume aus. Das Kraftfeld des mit der Geschwindigkeit v fliegenden Elektrons geht nach erfolgter Abbremsung des Elektrons auf die molekulare Geschwindigkeit des Bremsmaterials in das Kraftfeld des ruhenden Elektrons über. Die Schichtdicke dieser Störungsschicht wird Impulsbreite genannt und mit $\lambda$ bezeichnet. Da die Kugelschale des Kraftfeldes bei voller Geschwindigkeit v mit der Kugelschale des ruhenden Feldes exzentrisch liegt, so ist die Impulsbreite $\lambda$ und mit ihr die Härte der Röntgenstrahlung[3]) abhängig vom Winkel $\varphi$, der gebildet wird von der Bewegungsrichtung des Elektrons und der Beobachtungsrichtung. Nach einer Rechnung von W. Wien[4]) beträgt das Verhältnis $\frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}} = 1{,}63$ bei einer Bremsstrahlung berechnet für 59 KV = = 59.000 V. Die Röntgenstrahlen sind polarisierte, elektromagnetische Schwingungen.

[3]) Siehe unten.

[4]) W. Wien, Ann. d. Phys. 18, 991, 1905.

Nach dem PLANCK-EINSTEIN'schen Quantensatz ist $e \cdot V = h \cdot \nu$; „h" ist in dieser Formel das PLANCK'sche Wirkungsquantum und $\nu$ die Frequenz der entstehenden Bremsstrahlung. Diese Formel gilt naturgemäß nur für jene Elektronen, deren gesamte Energie beim Auftreffen auf ein Atom absorbiert wird. Dieser Fall tritt natürlich auch dann nicht ein, wenn eine ideale Gleichspannung als Antriebskraft für die Elektronen Anwendung findet, da die meisten Elektronen entweder die Atome so treffen werden, daß nur ein Teil ihrer Energie absorbiert wird oder daß sie von mehreren Atomen hintereinander teilweise gebremst werden. Daher wird nur ein kleiner Teil der Strahlung diese höchste Frequenz $h\nu_{max} = eV$ besitzen und werden auch noch eine ganze Menge Strahlen mit kleinerer Frequenz von dem Abbremspunkt der Elektronen ausgehen. Da zwischen der Wellenlänge $\lambda$ und der Frequenz $\nu$ die Beziehung besteht $\lambda = \frac{c}{\nu}$, wobei c die Lichtgeschwindigkeit bedeutet, folgt aus dieser Formel, daß die kürzeste in einem Röntgenspektrum vorkommende Wellenlänge durch den höchsten Wert der an der Röhre liegenden Spannung bestimmt ist. Für praktische Zwecke genügt zur Bestimmung der kürzesten Wellenlänge $\lambda_0$ in ÅNGSTRÖM-Einheiten die Formel $\lambda_0 = \frac{12{\cdot}34}{KV_{max}}$; unter $KV_{max}$ versteht man den bei der Erzeugung der Röntgenstrahlung vorkommenden höchsten Wert der Spannung. Eine solche aus einer großen Zahl von kontinuierlich aufeinanderfolgenden Wellenlängen bestehende Röntgenstrahlung ohne Berücksichtigung der charakteristischen Eigenstrahlung, also nur die Bremsstrahlung, heißt h e t e r o g e n e oder auch kurz weiße Röntgenstrahlung oder Röntgenlicht. Laut BEATTY ist der Nutzeffekt der Röntgenstrahlung gegeben durch die Formel $0{,}51 \cdot 10^{-4} A \frac{v^2}{c^2}$, wobei A das Atomgewicht, v die Elektronen- und c die Lichtgeschwindigkeit bedeuten. Größenordnungsmäßig bezeichnet man ganz allgemein den Nutzeffekt einer Röntgenstrahlung mit $1\,^0/_{00}$.

Treffen rasch fliegende Elektronen auf verschiedene Elemente als bremsende Körper auf, so ist die Intensität des jeweils entstehenden Röntgenspektrums bei gleicher Spannung an der

Röhre und bei gleicher Röhrenstromstärke mit Übergehung der charakteristischen Eigenstrahlung proportional den Atomzahlen der Elemente des Bremskörpers. Aus dieser Tatsache folgt, daß man als Auftreffpunkte für Kathodenstrahlen in einer Röntgenröhre nur Elemente verwendet, deren Atomnummer hoch ist, um auf diese Weise eine größere Intensität der Röntgenstrahlung zu erreichen.

Bei Erhöhung der an der Röhre liegenden Spannung, also der Elektronengeschwindigkeit, vergrößert sich der Inhalt der spektralen Energieverteilungskurven und verschiebt sich das Maximum dieser Kurven gleichzeitig gegen das kurzwellige Ende des Spektrums hin.

Für das Arbeiten mit Röhren mit auswechselbaren Anoden ist es noch praktisch, die wirksame Schichtdicke dieser Materialien zu kennen. Für Anoden aus Al ist die Grenzdicke, also jene Dicke, die die Elektronen zum Stillstand bringt, bei 113 KV mit 0,089 mm, für Platin bei derselben Spannung mit 0,021 mm gegeben.

Schon aus diesen wenigen Angaben über die Eigenschaften der Röntgenstrahlen ist es ein leichtes, die zur Erzeugung von Röntgenstrahlen nötigen Apparaturen und Röhren in ihrer Wirkungsweise zu verstehen. Es ergibt sich von selbst, daß für die technische Röntgenröhre ein Anoden-, bezw. Antikathodenmaterial Verwendung finden muß, dessen Atomnummer hoch liegt, um die Strahlenausbeute entsprechend zu vermehren. Um das zu erreichen, wurden in früheren Jahren die Antikathoden, also die Bremsklötze für den Elektronenstrom, aus Platin hergestellt. Sollen die Röntgenstrahlen aber eine richtige Abbildung der von ihnen durchdrungenen Gegenstände liefern, so müssen sie von einem Punkt des Anodenmaterials ausgehen, der gesamte Elektronenstrom also darf die Anode nur in einer kleinen Fläche treffen. Diese Konzentration des Elektronenstromes, zusammen mit dem schlechten Nutzeffekt der Röntgenstrahlung, 99% der Energie gehen ja bekanntlich zur Erhitzung des Anodenmaterials verloren, bringen es mit sich, daß die Anoden aus Platin an der Auftreffstelle der Elektronen sehr rasch zu stark erhitzt und aufgerauht werden. An Stelle der Anoden aus Pt mit der Atomnummer 78, dem Schmelzpunkt von 1700° C und einer Wärme-

leitung von 0,17 $\frac{\text{Kal}}{\text{Grad . cm . sek}}$, wird heute das wesentlich widerstandsfähigere Wolfram mit der Atomnummer 74, dafür aber einem Schmelzpunkt von 3200° C und einem Wärmeleitvermögen von 0,35 $\frac{\text{Kal}}{\text{Grad . cm . sek}}$ als Anodenmaterial immer mehr bevorzugt. Mit der Wahl eines Materials mit höherem Schmelzpunkt und besserem Wärmeleitvermögen steigt selbstverständlich die Erhöhung der Röhrenbelastbarkeit und die Schärfe der Röntgenbilder, da der Strahlenausgangspunkt, der auch Fokus genannt wird, wesentlich verkleinert werden kann. Es geht aus dem schlechten Wirkungsgrad der Röntgenröhren deutlich hervor, daß bei jeder Röntgenröhre für eine ausreichende Kühlung des Antikathodenmaterials Sorge getragen werden muß, da sich ja der größte Teil der verbrauchten Energie in Wärme umsetzt.

Wir haben gesehen, daß wir es bei der Bremsstrahlung mit einer Röntgenstrahlung von verschiedenen, kontinuierlich aufeinanderfolgenden Wellenlängen zu tun haben, wobei die kürzeste in diesem Spektrum vorkommende Wellenlänge $\lambda_0$ durch die an der Röntgenröhre liegende höchste Spannung eindeutig charakterisiert ist. Diese Röntgenstrahlung hat große Ähnlichkeit mit dem optischen weißen Licht. Beim weißen Licht ist ja das Spektrum bekanntlch ebenfalls kontinuierlich. Aber in der Optik des sichtbaren und ultravioletten Gebietes sind auch charakteristische Linien und Banden sowohl als Emissions- als auch als Absorptionslinien, bezw. -banden sehr wohl bekannt und werden zur Analyse reichlich herangezogen.

Solche Eigenstrahlungen treten in entsprechend veränderter Form auch bei den Röntgenstrahlen auf. Diese charakteristische Eigenstrahlung wurde im Jahre 1906 von C. G. Barkla[5]) entdeckt. Seine Untersuchungen ergaben nämlich, daß alle sekundären Strahler, das sind also jene Körper, die von Röntgenstrahlen getroffen werden und erfahrungsgemäß wieder selbst Röntgenstrahlen aussenden, sich in zwei Gruppen scheiden lassen. Die Elemente niederen Atomgewichtes, etwa H bis S, sandten polarisierte, unabhängig von der Art der primären Erregerstrahlung

[5]) Barkla, Phil. Mag. [6] 11, 812, 1906.

entstehende Röntgenstrahlen aus. Die Elemente höheren Atomgewichtes sandten, wenn sie von Röntgenstrahlen getroffen wurden, unpolarisierte, hauptsächlich von der Natur des Körpers abhängende Röntgenstrahlen aus, die zunächst von der Primärstrahlung unabhängig zu sein schienen. Da es sich bei der Untersuchung der Härte dieser Strahlung herausstellte, daß sie für jedes Element verschieden und für jedes auch charakteristisch ist, nannten BARKLA und SADLER diese Strahlung charakteristische Strahlung. Die charakteristische Strahlung zeigte die Eigenheit, daß ihre Härte immer geringer ist als die der Erregerstrahlung, daß sie also dem aus der Optik bekannten STOKES'schen Gesetz entspricht, weshalb die beiden Forscher dieser Strahlung den Namen Fluoreszenzstrahlung gaben. Die Elemente mit charakteristischer Strahlung nannte BARKLA Strahlwandler, die ohne eine solche Strahlstreuer.

Diese charakteristische Strahlung, die, wie wir später sehen werden, für Physik, Chemie und Technik größte Bedeutung erlangte, und der wir daher unsere besondere Aufmerksamkeit zuwenden müssen, konnte erst nach der grundlegenden Entdeckung M. v. LAUE's exakt erforscht werden.

M. v. LAUE und seine Mitarbeiter gingen von der Überlegung aus, daß die Röntgenstrahlen, falls sie überhaupt elektromagnetische Schwingungen seien, nur eine ungefähre Wellenlänge von $4.10^{-9}$ cm haben könnten. Diese Annahme war durch das damals völlige Versagen der für andere Wellenlängen gebräuchlichen, exakten Beugungs- und Brechungsmethoden sowie durch Versuche und theoretische Überlegungen begründet. LAUE's geniale Kombination bestand nun darin, daß er auf den Gedanken kam, als Beugungsgitter für diese kurzwelligen Röntgenstrahlen, wenn diese in Form langer Wellenzüge emittiert würden, natürliche Raumgitter zu verwenden. Solche Raumgitter waren nach der Hypothese von BRAVAIS in den regelmäßigen Abständen der Moleküle, bezw. Atome der Kristalle zu suchen. Die Größenordnung für diese Abstände der Kristallelemente wurde überschlagsmäßig mit $10^{-8}$ cm errechnet, also ganz ungefähr von derselben Größenordnung wie die Wellenlänge der Röntgenstrahlen.

Beruht also die Hypothese von dem Vorhandensein eines Raumgitters in Kristallen sowie die der Schwingungsform und durch-

schnittlichen Wellenlänge der Röntgenstrahlen auf Richtigkeit, so müssen beim Durchgang der Röntgenstrahlen durch den Kristall diese abgebeugt und einzelne Interferenzflecke auf einer hinter dem Kristall aufgestellten photographischen Platte sichtbar werden. Die Röntgenstrahlen müssen selbstverständlich vor dem Durchgang durch das Beugungsgitter parallel gemacht werden, was bei der vermuteten Kurzwelligkeit dieser Strahlung nur mittels Lochblenden, und zwar mittels Lochblenden aus einem für Röntgenstrahlen undurchdringbaren Material, also Blei, geschehen kann. Durchsetzen die also ausgeblendeten Röntgenstrahlen, deren Ausgangspunkt die Anode einer normalen technischen Röhre sein kann, einen Kristall in einer ganz bestimmten Richtung, so zeigt nach einer Belichtungszeit, die unter Umständen bis zu 20 Stunden dauern kann, die hinter dem Kristall in einiger Entfernung aufgestellte photographische Platte tatsächlich die von LAUE und seinen Mitarbeitern vermuteten Interferenzflecke in schöner, symmetrischer Anordnung. Bei Drehung des Kristalls ändern sich die Interferenzpunkte. Bei bloßer Veränderung der Kristallplattendistanz bleiben die beiden entstehenden Bilder ähnlich. Die Interferenzpunkte können also nur durch die Beugung der Röntgenstrahlen an dem Raumgitter der Kristalle erklärt werden. Dieser Versuch hat also nicht nur das bis zu diesem Zeitpunkt nur hypothetisch bestehende Raumgitter bewiesen, sondern auch die Röntgenstrahlen mit Sicherheit in die Reihe der elektromagnetischen Schwingungen eingereiht. Die einzelnen Interferenzflecke müssen selbstverständlich monochromatischen Strahlungen entsprechen.

Um diese Interferenzpunktebildung leichter verstehen zu können, ist zu bedenken, daß jede in das Raumgitter gelegte Ebene, also auch die, welche den Winkel zwischen Einfallsstrahl und gebeugtem Strahl halbiert, mit Atomen, das sind Zerstreuungspunkte, reich besetzt sind. Solche Ebenen werden Netzebenen des Kristalls genannt. Die Entstehung des gebeugten Strahles kann als eine Interferenzreflexion des gebeugten Strahles angesehen werden. Eine solche Netzebene braucht den Kristall äußerlich gar nicht zu begrenzen. Faßt man also den Beugungsvorgang als Reflexion an einer Netzebene des Kristalls auf, so ist dabei zu bedenken, daß sämtliche parallele Netzebenen des Kristalls

reflektieren. Wir haben es also bei diesem Beugungsvorgang mit einer räumlichen Reflexion der Röntgenstrahlen an den parallelen Netzebenen des Kristalls zu tun. Der Gangunterschied zwischen zwei von verschiedenen Gitterpunkten paralleler Netzebenen in die gleiche Richtung reflektierten Strahlen ist durch die BRAGG'sche Gleichung $n\lambda = 2d \sin \vartheta$ gegeben. In dieser Gleichung gibt „n" die Ordnungszahl des Reflexionsbildes an, ist also eine ganze Zahl; $\lambda$ ist die Wellenlänge der reflektierten Strahlung, d der Netzebenenabstand und $\vartheta$ der Einfalls-, bezw. der Austrittswinkel der Strahlung auf, bezw. aus der Netzebene. Läßt man nun statt der weißen Röntgenstrahlung monochromatische Strahlung an verschiedenen kristallographisch unterschiedenen Flächen eines Kristalls reflektieren, so erhält man Aufschluß über die Gitterkonstante eines Materials und über die Packung der Atome im Raumgitter. Ist umgekehrt die Gitterkonstante eines Kristalls bekannt, so ist es mit dieser Methode möglich, die Wellenlänge der Röntgenstrahlung zu bestimmen.

Dieser letztgenannten Auswertungsmöglichkeit der Interferenzbilder bediente man sich bei der Untersuchung der charakteristischen Strahlung der Elemente. Dabei zeigte sich, daß bei Röntgenstrahlen ebenso wie bei der charakteristischen Strahlung in der Optik des sichtbaren und ultravioletten Lichtes Serien von Spektrallinien vorkommen, die in der Röntgenologie die Namen K-, L-, M- und N-Serie tragen. Die Wellenlängen der K-Serie sind immer am kürzesten, die der N-Serie am längsten. Für Atome unter der Atomnummer 30 ist die Wellenlänge für die charakteristische Strahlung so lang, daß diese Strahlung schon von der Luft absorbiert wird, daher nur im Vakuumspektrographen wahrgenommen werden kann. Eine Folge dieser Erscheinung ist, daß BARKLA bei solch niedrigen Atomnummern keine charakteristische Strahlung wahrnehmen konnte. Allgemein gilt das Gesetz, daß die Wellenlänge der charakteristischen Strahlung um so kürzer wird, je größer die Atomnummer des diese Strahlung aussendenden Elements ist. Es kann also nach dem oben schon erwähnten STOKES'schen Gesetz die charakteristische Cu-Strahlung wohl die des Eisens, niemals aber die charakteristische Fe-Strahlung die des Kupfers anregen. Die charakteristische Strahlung eines Elements muß nun überhaupt nicht durch eine

Röntgenstrahlung, sondern kann auch durch Kathodenstrahlung, ebenso wie die Bremsstrahlung der Röntgenstrahlen, angeregt werden. Dabei gilt die Tatsache, daß die charakteristische Strahlung eines Elements angeregt wird durch eine Mindestgeschwindigkeit der Kathodenstrahlen, also eine Mindestspannung, unterhalb welcher die charakteristische Strahlung ausbleibt. Die Mindestgeschwindigkeiten der Kathodenstrahlen, die zur Anregung der charakteristischen Strahlung nötig sind, wurden nach WIDDINGTON berechnet nach der Formel

$$v_{Kmin} = 2\ (Z-2)\ 10^8 \text{ cm/sek.}$$

$v_{Kmin}$ ist in dieser Formel die Mindestgeschwindigkeit der Kathodenstrahlen zur Anregung der K-Strahlung und Z die Atomnummer der anzuregenden Substanz. Für die Anregung der L-Serie gilt die Beziehung

$$v_{Lmin} = (Z-15) \cdot 10^8 \text{ cm/sek.}$$

Für praktische Versuche wird die zur Anregung der charakteristischen Strahlung nötige Spannung 1,7- bis 4fach genommen. In nachstehender Tabelle (Tabelle II) sind einige Spannungs-

Tabelle II.

| Antikathodenmaterial | Mindestspannung in KV | Intensivste Wellenlänge der Eigenstrahlung | Filtersubstanz | Filterdicke | Substanzmenge pro 1 qcm |
|---|---|---|---|---|---|
| Chrom | 6 | 2,287 Å | Vanadium | — | — |
| Eisen | 7 | 1,935 „ | Mangan | 0,005 mm | 0,004 g |
| Kupfer | 9 | 1,539 „ | Nickel | 0,007 „ | 0,0067 „ |
| Molybdän | 20 | 0,710 „ | Zirkon | 0,03 „ | 0,020 „ |
| Silber | 25 | 0,560 „ | Palladium | 0,03 „ | 0,036 „ |

Stehen die Filtersubstanzen nicht zur Verfügung, so nimmt man die in der letzten Spalte angegebenen Gewichtsteile einer Verbindung dieser Substanzen mit leichtatomigen Elementen und klebt sie mit Zaponlack auf dünnes Papier, Film usw. auf.

minima zur Anregung der K-Strahlung der für die Strukturanalyse gebräuchlichsten Eigenstrahlungen nebst ihren Wellenlängen zusammengestellt. Man unterscheidet bei der K-Serie der Strahlung unter den zahlreichen Linien dieser Strahlung die für die

Strukturuntersuchung besonders wichtigen $K\alpha_1$- und $K\alpha_2$-, sowie die $K\beta_1$- und $K\beta_2$-Linien. Da die $\beta$-Linien der K-Serie immer störend wirken, werden sie durch die in obiger Tabelle angegebenen Elemente, die die Eigenschaft haben, die $\beta$-Strahlung zu absorbieren, die $\alpha$-Strahlung aber fast ungehindert durchzulassen, gefiltert. Die $K\alpha_1$- und $K\alpha_2$-Strahlung ist in ihrer Wellenlänge so wenig unterschieden, daß sie als praktisch monochromatisch anzusprechen ist. Unter Zugrundelegung des BOHRschen Atommodells kann man sich die charakteristische Strahlung eines Elements so entstanden denken. daß ein Elektron durch äußere Einflüsse (Kathodenstrahlen, Röntgenstrahlen usw.) von einer äußeren Quantenbahn in eine innere überspringt. Die durch diesen Übergang frei werdende Energie ist maßgebend für die Frequenz der entstehenden Strahlung. Werden aber Elektronen aus einer inneren Quantenbahn in eine äußere gebracht oder ganz aus dem Atomverband gerissen, so muß Energie aufgenommen werden.

Für die Praxis kann also zusammenfassend gesagt werden, daß man sowohl die Möglichkeit hat, mit heterogener als auch mit monochromatischer Strahlung Röntgenuntersuchungen anzustellen. Heterogene Strahlung, die auch Bremsstrahlung genannt wird, erhält man immer dann, wenn man ein Antikathodenmaterial hohen Atomgewichtes, also z. B. Wolfram, verwendet und die höchste zur Verwendung kommende Spannung tiefer hält, als sie zur Anregung der $K\alpha$-Duplette nötig wäre. Monochromatische Strahlung hingegen wird durch Anwendung von Anodenmaterialien von relativ niedrigem Atomgewicht dann erhalten, wenn die höchste zur Verwendung kommende Spannung die Höhe der zur Anregung der $K\alpha$-Duplette des betreffenden Elements nötige Spannung übersteigt. Da solche Elemente mit niedrigem Atomgewicht nach dem oben Gesagten eine an und für sich geringe Bremsstrahlung liefern, so tritt die Eigenstrahlung gegenüber der Bremsstrahlung bei solchen Elementen so sehr in den Vordergrund, daß man also diese Strahlung als praktisch monochromatisch bezeichnen kann. Die wichtigsten Elemente, die zur Erzeugung von Eigenstrahlung verwendet werden, sind Chrom, Eisen, Kupfer, Molybdän und Silber.

Nach dieser ganz kurzen Einführung in die Physik der Ent-

stehung der Röntgenstrahlen wenden wir uns der Besprechung der zur Erzeugung dieser Strahlen nötigen Apparate und Instrumente zu. Aus dem oben Gesagten ist bereits ersichtlich, daß zur Erzeugung von Röntgenstrahlen einerseits eine Röntgenröhre, anderseits eine Hochspannungsquelle nötig ist. In diesem Kapitel sollen wegen des geringen zur Verfügung stehenden Raumes nur die gegenwärtig in der Praxis Verwendung findenden Apparaturen beschrieben werden.

Prinzipiell unterscheidet man zwei Arten von Röntgenröhren. Die einen, älteren, sind die sogenannten Gas- oder Ionenröhren, die anderen, moderneren, sind die Glühkathoden-, Coolidge- oder Elektronenröhren.

Die Ionenröhre besteht aus einem Glas- oder Metallgefäß, in welches die Elektroden, im Falle einer geerdeten Metallröhre wenigstens eine isoliert, eingeführt werden. Die Röhren werden bis auf ein Vakuum von zirka $10^{-3}$ mm Hg ausgepumpt. Die Röhren aus Glas können durch lange Zeit ihr Vakuum halten, werden daher nach dem Evakuieren von der Pumpe abgeschmolzen und als abgeschmolzene Gasröhren in den Handel gebracht. Die Metallröhren behalten ihr Vakuum nicht gut und müssen daher auch während des Betriebes an der Vakuumpumpe hängen. Die physikalischen Grundlagen dieser immer mehr in den Hintergrund tretenden Ionenröhren sollen im folgenden kurz besprochen werden.

Einer hohlspiegelförmig geschliffenen Elektrode, die an ihrer Form unschwer als die Kathode einer Ionenröhre erkannt wird, liegt eine unter 45° geneigte, plan geschliffene Platte aus dem gewünschten Anodenmaterial, bei technischen Röhren meist Platin oder Wolfram, gegenüber. Bei den physikalischen (an der Pumpe liegenden) Röhren sind die Anodenmaterialien auswechselbar. Die Kathode besteht aus Aluminium, da dieses Material die geringste Zerstäubung besitzt. Die Kathodenstrahlen müssen nun erfahrungsgemäß die Anode in einem möglichst kleinen Brennfleck treffen. Die Kathodenstrahlen verlassen, wie schon oben erwähnt, die Kathode immer senkrecht, weshalb die Anode im Mittelpunkt der kugelförmig geschliffenen Kathode zu liegen kommen müßte. Da aber die Kathodenstrahlen ihre Entstehungselektrode nur in ganz besonderen Fällen wirklich senkrecht verlassen, muß der Abstand Kathode—Anode meist gleich dem zwei- bis dreifachen Radius

der Kathode gewählt werden. Dieser Auftreffpunkt der Elektronen ist praktisch auch niemals ein Punkt, sondern stets eine Fläche, die mit Brennfleck bezeichnet wird. Sie ist immer durch die Wucht der auf sie aufprallenden Elektronen aufgerauht, so daß man an dem Grad dieser Aufrauhung sofort die Größe des Brennfleckes und damit die Güte der Bildwirkung einer Röntgenröhre beurteilen kann. Es muß allerdings betont werden, daß es naturgemäß eine gewisse untere Grenze für die Verkleinerung des Fokus gibt, die zu unterschreiten für die Dauerhaftigkeit der Röhre schädlich wäre. Da die Elektronen mit großer Wucht auf die Antikathode einer Röntgenröhre aufprallen, ist eine gute Kühlung dieses Teiles der Röhre unerläßlich. Am besten geschieht die Kühlung dadurch, daß die Anode von fließendem Wasser ständig durchflossen wird. Ist dies aus technischen Gründen nicht möglich, so ist für eine ausreichende Umlaufkühlung Sorge zu tragen. Bei nicht geerdeter Anode muß die Umlaufpumpe hochisoliert aufgestellt sein und von dem sie betreibenden Motor durch einen hochisolierenden Stab, der die Drehbewegung überträgt, getrennt sein. Kühlt man mit Öl, das in isolierenden Röhren (Glas usw.) von der Pumpe zur Röhre fließt, so ist eine solche Isolierung unnötig, nur ist in diesem Falle für eine ausreichende Erdung der Pumpanlage Sorge zu tragen. Bei Metallröntgenröhren an der Pumpe wird auch der Metallmantel mit fließendem Wasser oder Öl gekühlt. Die Kathode wird gewöhnlich durch Anbringung von Kühlrippen luftgekühlt. Von einer Siedekühlung, wie sie in der Medizin fast allgemein Verwendung findet, ist wegen der langdauernden und starken Belastung bei Strukturuntersuchungen vollständig Abstand zu nehmen, da Siedeverzug unvermeidlich ist, wodurch die Anode angestochen und die Bildwirkung der Röhre geschädigt wird. Rippenkühlung ist für Röhren, die in Physik, Chemie oder Technik Verwendung finden sollen, überhaupt unbrauchbar und kommt nur zur Kühlung der relativ schwach belasteten Kathode in Betracht.

Die Kathodenstrahlen, das sind die von der Kathode zur Antikathode fliegenden Elektronen, kommen in diesen Röhren dadurch zustande, daß in der Röhre nach Anlegen einer gleichgerichteten Spannung durch Stoßionisation Ionen erzeugt werden, von denen die positiven auf die Kathode, die negativen auf die Anode prallen.

Die auf die Kathode auftreffenden positiven Ionen lösen ihrerseits auf der Kathode Elektronen aus, die dann mit der früher besprochenen hohen Geschwindigkeit die Kathode verlassen und eben Kathodenstrahlen genannt werden. Der Betrieb solcher Röhren ist deshalb etwas unangenehm, da die durch die Röhre gehende Strommenge nicht nur durch die Spannung an den Elektroden, sondern auch durch den Luftgehalt der Röhre bedingt ist. Will man daher durchdringungsfähige, das sind kurzwellige oder harte Röntgenstrahlen erzeugen, muß man Röhren mit einem wesentlich höheren Vakuum verwenden als bei der Erzeugung von weichen Röntgenstrahlen. Es werden daher Röhren mit einem höheren Vakuum als harte, solche mit einem geringen Vakuum als weiche Röhren bezeichnet. Da sich aber der Gasdruck der Röhren auch während des Betriebes ändert, ist die Regulierfähigkeit solcher Röhren, speziell wenn sie nicht an der Pumpe arbeiten, äußerst schlecht. Sie müssen immer mit Regeneriervorrichtungen versehen sein und werden daher heute praktisch kaum mehr verwendet.

Ganz anders liegen die Verhältnisse bei den gasfreien Röhren, den sogenannten Elektronenröhren. Sie unterscheiden sich physikalisch von den Ionenröhren nur dadurch, daß die Elektronen nicht durch Stoßionisation entstehen, sondern von einer Glühkathode geliefert werden, und daß sie demzufolge bis auf einen Druck von $10^{-7}$ mm Hg ausgepumpt werden. Die Kathode besteht also in diesem Falle wieder aus einer sammelnden Fläche, nur liegt in ihr eine Glühspirale aus Wolfram, die die Elektronen emittiert. Da die Elektronenemission nur eine Funktion des Glühzustandes des Glühfadens der Kathode ist, kann die Quantität der Kathodenstrahlen und mit ihr auch die der Röntgenstrahlen durch Variation des den Glühfaden heizenden Stromes reguliert werden. Bei dem hohen Vakuum der Röhre wird die Qualität der Strahlung, also die Geschwindigkeit der Kathodenstrahlen, und mit ihr die Härte der Röntgenstrahlen, nur durch die Höhe der an der Röhre liegenden Spannung reguliert. Wir haben also in den Glühkathodenröhren ein Mittel in der Hand, Qualität und Quantität der Röntgenstrahlung völlig unabhängig voneinander zu regulieren. Das über die Kühlung der Gasröhre Gesagte hat auch für die Glühkathode Gültigkeit. Bei technischen Glühkathodenröhren kann allerdings eine Kühlung der Kathode entfallen. Regeneriervorrichtungen kommen für diese

Röhrengattung prinzipiell nicht in Frage. Alle diese Glühkathodenröhren laufen praktisch im gebräuchlichen Spannungsbereich im Gebiet der Sättigung, das heißt, eine Erhöhung der Spannung kann keine Erhöhung der Stromstärke bedingen, da sämtliche von der Glühkathode gelieferten Elektronen bereits am Stromtransport beteiligt sind. Will man die Elektronenmenge und damit den Röhrenstrom verstärken, so muß man die Heizung des Glühfadens erhöhen. Diese hochevakuierten Röhren zeigen normalerweise keine Fluoreszenz an den Glaswandungen mehr, wie man dies von den gashaltigen Röhren her gewohnt war. Auch diese Röhren werden wieder aus Glas oder Metall, abgeschmolzen oder an der Pumpe arbeitend, geliefert.

Abb. 1 zeigt ein Beispiel einer solchen abgeschmolzenen Röntgenstrahlenschutzröhre (Matwa-Metalix-Röhre) mit Spülstutzen für dauernde Wasserkühlung. Diese Röhre ist für maximale Spannungen bis zu 220 KV gebaut. Für niedrigere Spannungen wird die in Abb. 2 ersichtliche Media-Metalix-Röhre verwendet. Eine Eigenart dieser Röhren ist es, daß sie keinen Brennpunkt verwenden, sondern den sogenannten Goetze-Strichfokus. Das Prinzip dieser Konstruktion ist aus Abb. 3 ersichtlich und beruht darauf, daß an Stelle eines Brennpunktes ein Rechteck verwendet wird, das in der Projektion als kleines Quadrat erscheint und daher scharfe Bilder liefert. Diese Fokusform ist für die später zur Sprache kommenden Strukturuntersuchungen sehr geeignet. Abb. 4 zeigt eine Glühkathoden-Metallröntgenröhre nach Dr. Ott mit auswechselbarer Anode und Kathode zum Betrieb an einer Vakuumpumpe.

Um die eben besprochenen Röhren betreiben zu können, ist es nötig, sie an eine Hochspannungsquelle zu legen. Als praktisch einziger Hochspannungsgenerator für Röntgenzwecke kommt bei dem heutigen Stande der Technik nur ein Transformator in Betracht, der direkt mit Wechselstrom betrieben wird. Von der Verwendung der veralteten und umständlichen Induktorien im technischen Betriebe ist abzuraten. Prinzipiell ist zu unterscheiden zwischen einer Anlage, die nur zur Materialdurchleuchtung, bezw. Photographie dienen soll, und einer solchen, mit der nur Strukturuntersuchungen ausgeführt werden. Eine dritte Form sind die Apparate, die durch Umschaltung für beide Zwecke gleich gut brauchbar sind. Da die Verwendung der Röntgenstrahlen bis in die neueste Zeit in die

Medizin viel mehr Eingang gefunden hat als in die Technik, so ist es vielfach üblich geworden, die Apparate und Röhren nach ihrer Anwendung in der medizinischen Praxis zu bezeichnen. Obwohl sich die technischen Apparaturen von denen der Medizin unterscheiden, ist die Klasseneinteilung für sie doch häufig der Medizin entnommen. Man pflegt in der Medizin Apparate mit einer maximalen Spannung von zirka 100.000 Volt als Diagnostikapparate und solche mit einer Spannung bis 200.000 Volt als Therapieapparate zu bezeichnen. Ebenso heißen die Röhren, die an der ersten Art von Apparaten laufen, Diagnostikröhren, die an der zweiten Art Therapieröhren. Selbstverständlich werden diese Apparate für physikalische, chemische und technische Untersuchungen umkonstruiert.

Für Strukturuntersuchungen ist im allgemeinen nach dem heutigen Stand der Methoden eine Spannung von 70.000 Volt ausreichend. Um die vielen Nullen bei der Voltbezifferung weglassen zu können, rechnet man in der Röntgenologie in Kilovolt (KV). Die Hochspannung entsteht durch Transformation des normalen Wechselstromes auf diese hohen Spannungen in einem Hochspannungsöltransformator. Man bekommt also auch auf der Hochspannungsseite des Transformators annähernd sinusförmige Wechselspannung. Bekanntlich unterscheidet man bei der Wechselspannung eine effektive und eine Scheitel- oder Maximalspannung. Für die Strahlenqualität maßgebend ist nur die Scheitelspannung, weshalb die Angaben in der Scheitelspannung sich immer mehr in der Röntgenphysik einbürgern. Die Scheitelspannung gibt den höchsten Spannungswert der Sinuskurve, die Effektivspannung einen Mittelwert an. Die beiden stehen miteinander in der Beziehung $KV_{max} = KV_{eff} \cdot \sqrt{2}$. Gemessen wird die Hochspannung über eine Kugelfunkenstrecke, wobei zu beachten ist, daß solchen Funkenstrecken stets zur Vermeidung von Kurzschlüssen sowie zur Dämpfung der in der Funkenstrecke entstehenden Hochfrequenzwellen Wasserwiderstände vorzuschalten sind. Die Kugelfunkenstrecke gibt nur bei Verwendung an Apparaten mit Vorrichtungen zur Gleichrichtung der Hochspannung (Ventile usw.) richtige Werte.

Strukturuntersuchungsapparate sollen so gebaut sein, daß wahl-

weise jeder der beiden Hochspannungspole, zumindest aber die Anode, geerdet werden kann. Die Höhe der Spannung wird primär mittels eines Stufentransformators reguliert und auch an einem primär am Transformator liegenden Voltmeter abgelesen. Vorschaltwiderstände eignen sich im allgemeinen wegen des Spannungszusammenbruches bei stärkerer Belastung des Apparats für die Spannungsregulierung nicht. Der Strom für die Heizung der Glühspirale der Röntgenröhre wird einem Heiztransformator entnommen und wird die Sekundärwicklung dieses hochisolierten Transformators direkt an einen Hochspannungspol des Hochspannungstransformators angeschlossen. Die zur Heizung der Glühspirale nötige Spannung ist zirka 10 V, die maximale Stromstärke ungefähr 5 A; die Regulierung der Heizstromstärke geschieht durch einen im Primärkreis des Heiztransformators liegenden Ohmschen oder induktiven Widerstand.

Ist nun die Anode der Röntgenröhre genügend gut gekühlt, so kann sie keine Elektronen emittieren. Der Strom kann also nur durch die Röntgenröhre gehen, wenn der Minuspol der Hochspannung an die Kathode der Röntgenröhre zu liegen kommt, im entgegengesetzten Falle sperrt die Röhre den Stromdurchgang infolge ihres hohen Vakuums. Abb. 5 gibt das prinzipielle Schaltungsschema dieser Apparatur wieder. Eine derartige Apparatur hat den Namen Halbwellenapparatur.

Da nur eine Röntgenröhre mit nicht zu stark angestochener Antikathode (es dürfen keine Spitzen und scharfe Kanten vorhanden sein, da diese selbst Elektronen emittieren und daher die Sperrwirkung der Röhre aufheben) selbstsperrend ist, muß also am Halbwellenapparat für eine besonders gute Kühlung der Anode vorgesorgt sein. Röhren mit strahlengekühlter Anode kommen daher für Halbwellenbetrieb nicht in Frage, da glühende Anoden selbst Elektronen emittieren. Prallen von der Anode ausgehende Elektronen auf den Glühfaden der Kathode auf, so zerschießen sie ihn, wodurch die Röhre binnen kurzer Zeit unbrauchbar wird. Beim Halbwellenbetrieb ist außerdem noch zu beachten, daß die Röhre nur mit der Hälfte der auf ihr angegebenen Belastung betrieben werden darf, da ja in der leitenden Halbperiode ungefähr die doppelte Stromstärke durch sie gehen muß, als das Milliamperemeter anzeigt. Die technischen Glühkathodenröhren für Strukturunter-

suchungen, die abgeschmolzen mit allen gangbaren Anoden im Handel erhältlich sind, sind für normale Belastungen zum Betrieb an diesem billigsten Apparatetyp ausnahmslos geeignet. Auch die an der Pumpe arbeitenden Glühkathodenröhren können am Halbwellenapparat betrieben werden, wenn nur eine Pumpe mit entsprechend hoher Saugleistung und hohem Vakuum Verwendung findet. Da für diese Zwecke heute zum größten Teil Quecksilberpumpen verwendet werden, muß noch erwähnt werden, daß in diesem Falle der Quecksilberdampf von der Röhre entweder durch Kühlen der Ansaugleitung mit flüssiger Luft oder mit Kohlensäureschnee (weniger gut geeignet) oder durch Vorschalten einer Gold-, bezw. Kaliumfolie abgehalten werden muß.

Für Röhren mit Anodenmaterialien geringeren Atomgewichtes, deren $K\alpha$-Strahlung langwellig ist, wie z. B. Fe, Cu usw., absorbiert das gewöhnliche Glas, aus dem die Röntgenröhren hergestellt sind, schon einen viel zu großen Teil, als daß diese Strahlung praktisch ausgenützt werden könnte. Es wird daher der Teil der Röhre, durch den die Strahlen austreten, in diesem Falle aus einem Glas hergestellt, dessen Bestandteile besonders leichtatomig sind (sogenanntes Lindemann-Glas). Eine solche Röhre mit 4 Lindemann-Fenstern ist in Abb. 6 wiedergegeben. Außerdem ist für Strukturuntersuchungsröhren zu beachten, daß sie keine Kugel in der Mitte haben sollen, sondern daß für sie Zylinderform zweckmäßig ist, da man bei dieser Form mit der Blende viel näher an die Anode der Röhre herankommt, wodurch eine wesentliche Verkürzung der Belichtungszeiten ermöglicht wird. Für Röntgenröhren zum Betrieb an der Pumpe ist ein Lindemann-Fenster überflüssig, da diese Röhren gewöhnlich aus Metall bestehen und daher die Austrittstelle der Strahlung durch eine Aluminiumfolie gebildet wird. Da Lindemann-Glas sehr weich ist, ist jede Berührung des Fensters zu vermeiden. Dieses Glas ist auch hygroskopisch und neigt zur Verwitterung, weshalb es zweckmäßig von Zeit zu Zeit in ein Gefäß mit Zaponlack getaucht wird. Um der Gefahr einer Rückzündung (Elektronenaustritt aus der Anode) auch beim Halbwellenapparat zu begegnen, kann man mit der Röntgenröhre eine Ventilröhre in Serie schalten. In diesem Falle können bei Verwendung entsprechender Transformatoren und Röhren auch Spannungen bis 200 KV und darüber angewendet werden.

Eine Ventilröhre ist eine hochevakuierte Glühkathodenröhre, ähnlich einer Röntgenröhre, bei der aber durch eine relativ hohe Elektronenemission und Verzicht auf eine Vereinung der Elektronen in einem Brennpunkt der innere Widerstand im Verhältnis zum Widerstand der Röntgenröhre so klein ist, daß der Spannungsabfall an dem Glühventil maximal 2 KV beträgt. Die bei so niedriger Spannung am Ventil entstehende Röntgenstrahlung wird von der Glaswand der Ventilröhre vollständig absorbiert. Da bei so geringen Spannungen und relativ geringer Elektronendichte die Anode der Ventilröhre niemals angestochen oder auch nur übermäßig warm werden kann, so kann sie in der nichtleitenden Halbperiode die volle Transformatorenspannung mit Sicherheit abriegeln. Wichtig für den Betrieb einer Glühventilröhre ist nur, daß diese Röhren immer genügend geheizt werden, da nur in diesem Falle der Widerstand des Ventils niedrig genug ist, um eine Erwärmung der Anode zu vermeiden. Die Anode der Ventile darf auch bei der stärksten Belastung niemals glühen. Glühventile werden erfahrungsgemäß fast nie durch Überlastung des Heizfadens, meistens aber durch zu geringe Heizstromstärken der Kathode zerstört. Auch ist nur im Falle einer genügenden Heizung der Glühkathode die Aussendung von Röntgenstrahlen aus dem Ventil zu vermeiden.

Röntgenröhren für höhere Spannungen als 100 KV dürfen niemals direkt an Wechselspannung angeschlossen werden.

Es sei noch zum Abschluß der Betrachtungen über die Halbwellenapparatur erwähnt, daß diese Apparaturen infolge der eigenartigen Belastung des Transformators mit einer sehr starken Phasenverschiebung, und zwar mit einem ungefähren $\cos \varphi = 0{,}5$ arbeiten. Diese unangenehme Eigenschaft der Apparate fällt aber im Hinblick auf ihre sonstigen Vorteile kaum ins Gewicht.

Zur Ausnützung der Kuppen beider Halbwellen verwendet man Apparate mit einem rotierenden Gleichrichter. Das Prinzip dieser Apparate ist dadurch gekennzeichnet, daß ein Synchronmotor die Gleichrichterscheibe dreht, so daß bei jeder Halbperiode, und zwar immer im Maximum einer solchen, der Pluspol der Hochspannung an die Anode, der Minuspol an die Kathode zu liegen kommt. Diese Einrichtungen finden heute wegen ihrer Unbequemlichkeiten (Gefährlichkeit einer so rasch rotierenden großen Scheibe, Entste-

hung großer Mengen von Ozon und nitrosen Gasen) immer seltener Verwendung.

Sehr brauchbar sowohl für Grob- als auch für Feinstrukturuntersuchungen ist die Graetzsche Schaltung, eventuell in Verbindung mit einem Kondensator. Bei dieser Schaltung besorgen vier Ventilröhren die Gleichrichtung des hochgespannten Wechselstromes, während der Kondensator die pulsierende Gleichspannung zu glätten hat.

Ebenfalls für beide Untersuchungsmethoden brauchbar ist die Greinacher-Schaltung. Bei dieser Schaltung werden von einem Transformator, der nur die halbe Betriebsspannung liefern muß, über zwei Ventile hintereinander geschaltete zwei Kondensatoren je auf die volle Transformatorenspannung aufgeladen. Da die beiden Kondensatoren in Serie geschaltet sind, so liefern sie bei Entladung über die Röntgenröhre theoretisch die doppelte Gleichspannung, als der Transformator Wechselspannung zu erzeugen imstande ist.

Die Villard-Schaltung eignet sich besonders dazu, schon vorhandene Halbwellenapparate mit Spannungen bis zu 100 KV in Höchstspannungsapparate umzuwandeln. Für diese Schaltung genügt wieder ein Transformator von der halben gewünschten Spannungsleistung. Ferner müssen für den Betrieb dieser Apparatur zwei Kondensatoren und ein Ventilrohr zur Verfügung stehen. Ist der Transformator nicht erdbar, so werden die beiden Kondensatoren je an ein Ende des Hochspannungstransformators angeschlossen und über ein Ventilrohr verbunden. Zu dem Ventilrohr parallel, nur im Gegentakt, wird die Röntgenröhre angeschlossen. In der einen Halbwelle werden nun die Kondensatoren auf die volle Transformatorenspannung aufgeladen. In der nächsten Halbwelle addiert sich die Kondensatorenspannung zu der nun umgepolten Transformatorenspannung und entlädt sich über die Röntgenröhre.

Für erdbare Transformatoren kommt man nach Angaben der Siemens & Halske A. G. mit einem Kondensator aus. Die Schaltung ist so, daß an den geerdeten Pol des Transformators auch ein Pol des Kondensators angeschlossen ist. Der zweite Pol des Kondensators ist über ein Glühventil mit dem Hochspannungspol des Transformators verbunden. Zum Glühventil parallel, doch im

Gegentakt, liegt die Röntgenröhre. Die Wirkungsweise dieser Schaltung ist ähnlich der der Villard-Schaltung.

Über die Röhren und Apparatetechnik kann zusammenfassend folgendes gesagt werden: Für die meisten Arbeiten ausreichend ist ein Apparat ohne Gleichrichter mit einer maximalen Spannung von 100 KV. Gleichrichtung der Hochspannung ist bei diesen Apparaten nicht nötig, doch soll wenigstens die Anode der Röntgenröhre erdbar sein. Für die Durchleuchtung dickerer Metalle ist eine Apparatur bis 200 KV unerläßlich. Für Materialdurchleuchtungen sowie für alle jene Arbeiten, bei denen immer nur ein und dasselbe Anodenmaterial Verwendung findet, werden wegen ihrer steten Betriebsbereitschaft allgemein nur abgeschmolzene Röhren verwendet.

Abgeschmolzene Röntgenröhren mit den gangbaren Anodenmaterialien sind, wie schon erwähnt, im Handel erhältlich und auch sehr empfehlenswert, da sie ein rasches und sicheres Arbeiten ermöglichen. In Laboratorien werden allerdings für diese Zwecke die etwas umständlicheren, dafür aber im Betrieb ökonomischeren Röhren an der Pumpe verwendet.

Für röntgenspektrographische Arbeiten nach der Emissionsmethode, bei denen das zu untersuchende Präparat direkt auf die Antikathode gebracht wird, ist ein Arbeiten an der Pumpe unerläßlich.

## Methoden und Anwendung der Röntgenographie.

### I. Die Untersuchung nach der Absorptionsmethode.

Die älteste und am leichtesten verständliche Untersuchungsmethode ist die nach der Absorptionsmethode. Diese Untersuchungsmethode beruht auf dem verschiedenen Absorptionsvermögen der durchstrahlten Materialien je nach ihrem Atomgewicht für Röntgenstrahlen. Der Energieverlust, den die Röntgenstrahlen beim Durchgang durch die Materie erleiden, liegt mit Ausnahme der Sprungstellen der Absorption an den Absorptionskanten, in der eigentlichen Absorption sowie in der Zerstreuung der Röntgenstrahlen. Die Streustrahlung entsteht dadurch, daß infolge Mitschwingung der Elektronen der von den Strahlen getroffenen

Atome Röntgenstrahlen nach allen Richtungen ausgesandt werden. Ist „I" die Intensität der Röntgenstrahlung vor Eintritt in die Materie, „$I_0$" die Intensität der Strahlung nach dem Verlassen der Materie, so gilt zwischen den beiden Größen I und $I_0$ die Beziehung $I = I_0 \, e^{-\mu D}$, wobei e die Basis des natürlichen Logarithmensystems darstellt, während D die Dicke des Stoffes in Zentimetern ist; $\mu$ ist der Schwächungskoeffizient und ist sowohl eine Funktion der Wellenlänge der Strahlung als auch der chemischen Zusammensetzung der absorbierenden Stoffe. Der Schwächungskoeffizient $\mu$ setzt sich zusammen aus dem Absorptionskoeffizienten $\bar{\mu}$ und dem Streukoeffizienten $\sigma$, so daß man die Formel für die Intensitätsverhältnisse vor und nach dem Durchgang der Strahlung durch die Materie auch schreiben kann:

$$I = I_0 \, e^{-\bar{\mu} D} \, . \, e^{-\sigma D}.$$

Ist $\varrho$ die Dichte des zu durchstrahlenden Stoffes, so bezeichnet man mit $\frac{\mu}{\varrho}$ den Massenschwächungskoeffizienten, mit $\frac{\bar{\mu}}{\varrho}$ den Massenabsorptionskoeffizienten und mit $\frac{\sigma}{\varrho}$ den Massenstreukoeffizienten. Bezeichnet man mit c eine universelle Konstante, mit $\lambda$ die Wellenlänge der Röntgenstrahlung und mit Z die Atomnummer der durchstrahlten Substanz, so ist $\frac{\bar{\mu}}{\varrho} = c \, . \, \lambda^3 \, . \, Z^3$. Da für Atomnummern größer als 20 der Massenstreukoeffizient $\frac{\sigma}{\varrho}$ wesentlich kleiner ist als der Absorptionskoeffizient, so kann man näherungsweise für höhere atomnummerige Elemente den Massenschwächungskoeffizienten $\frac{\mu}{\varrho} \sim c \, \lambda^3 \, Z^3$ schreiben. Besteht ein Körper aus $a_1$ Gewichtsprozenten eines Elements mit der Atomnummer $Z_1$, aus $a_2$ Gewichtsprozenten mit der Atomnummer $Z_2$ usw., so kann man den Massenschwächungskoeffizienten allgemein als Summe der einzelnen Koeffizienten auffassen nach der Formel:

$$\frac{\mu}{\varrho} = a_1 \frac{\mu_1}{\varrho_1} + a_2 \frac{\mu_2}{\varrho_2} + a_3 \frac{\mu_3}{\varrho_3} + - - - - -$$

In der Medizin wird für die Messung der Durchdringungsfähigkeit der Röntgenstrahlung sehr häufig die Halbwertsschicht

verwendet. Sie gibt die Dicke eines Materials an, bei welcher die Intensität der Röntgenstrahlung, die das Material verläßt, gerade die Hälfte der Intensität der auf das Material auftreffenden Strahlung ist. Die Halbwertsschicht h in Zentimetern steht mit dem Schwächungskoeffizienten $\mu$ in der Relation: $h = \frac{0{\cdot}69}{\mu}$.

Wird ein Körper von Röntgenstrahlen getroffen, so sendet er selbst drei verschiedene Strahlenarten aus, und zwar: 1. die schon früher besprochene charakteristische Eigenstrahlung, 2. die zerstreute oder kurz Streustrahlung, und 3. die Kathodenstrahlung oder sekundäre Elektronenstrahlung. Die Elektronenemission ist, abgesehen von den Sprungstellen, bloß eine Funktion der Quantität der Röntgenstrahlung und der Atomzahl des Elektronen emittierenden Elements. Je mehr Röntgenstrahlen auf einen Körper auftreffen und je höher die Atomzahl des getroffenen Körpers ist, desto größer ist die Elektronenemission. Die Härte der Röntgenstrahlen ist bloß von Einfluß auf die Geschwindigkeit der das Material verlassenden Elektronen. Es ist also, abgesehen von Unstetigkeitsstellen, die Quantität der Elektronenemission von der Qualität der Röntgenstrahlung unabhängig, weshalb die Elektronenemission häufig zur Messung der Intensität der Röntgenstrahlung herangezogen wird. Ist h das PLANCK'sche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit und $\lambda_{min}$ die kürzeste im Röntgenspektrum vorkommende Wellenlänge, so ist die maximale vorkommende Geschwindigkeit der das Material verlassenden Elektronen $v_{max}$ gegeben durch die Gleichung $\frac{1}{2} m v^2_{max} = \frac{c h}{\lambda_{min}}$. Diese das Material verlassenden Elektronen werden kurz Photoelektronen genannt und ihre Menge bei der Messung der Intensität der Röntgenstrahlen gemessen.

Die Eigenschaft der Röntgenstrahlen, Elektronenemission in den von ihnen getroffenen Körpern anzuregen, bringt es mit sich, daß sich alle Körper unter dem Einfluß der Röntgenstrahlung elektrostatisch aufladen und daher alle in der Röntgentechnik verwendeten, nicht Hochspannung führenden Metallteile geerdet werden müssen.

Die Anwendung der Untersuchungsmethode nach der Absorptionsmethode, die kurz Grobstrukturuntersuchung genannt wird,

in der Technik ist sehr aufschlußreich, da mit ihrer Hilfe Einblicke in ein Material ermöglicht werden, die ohne Zerstörung des Materials sonst unmöglich wären.

Zur Erzeugung guter Röntgenogramme ist es nötig, unter dem Film Substanzen mit hohen Atomzahlen anzubringen, da nach dem oben Gesagten die Streustrahlung bei solchen Elementen wesentlich kleiner ist als die Absorption, so daß bei Verwendung solcher Unterlagen keine Verschleierung des Films von der Rückseite her eintreten kann. Bei Röntgenuntersuchungen von dicken Substanzen mit niedriger Atomzahl ist eine Blende zur Abhaltung der Streustrahlung sehr empfehlenswert.

Röntgenaufnahmen verdanken ihre Entstehungsursache bekanntlich der Empfindlichkeit der photographischen Schicht für Röntgenstrahlen. Selbstverständlich können nur die Strahlen eine Schwärzung der Schicht hervorrufen, die von ihr absorbiert werden, also ihren Energiegehalt zur Zersetzung des Bromsilbers verwenden. Infolge der geringen Dicke der photographischen Schicht ist es verständlich, daß relativ wenig Röntgenstrahlen zur Schwärzung der photographischen Schicht ausgenützt werden. Die Röntgenplatten müssen sich also von gewöhnlichen Platten dadurch unterscheiden, daß sie eine wesentlich größere Schichtdicke besitzen. Zur Erhöhung der Gradation des Negativmaterials für röntgenographische Zwecke werden heute hauptsächlich Filme bevorzugt, bei denen beide Seiten mit Emulsion begossen sind. Diese Filme sind im Handel als doppelt begossene Röntgenfilme erhältlich und werden heute fast ausnahmslos angewandt. Sie finden in der Medizin, häufig kombiniert mit Verstärkefolien, Verwendung. Es muß besonders darauf aufmerksam gemacht werden, daß Röntgenfilme, die speziell für die Verwendung mit Verstärkerfolien gedacht sind, ohne Anwendung solcher Folien keine so befriedigenden Resultate geben können wie die speziell für Aufnahmen ohne Folien erzeugten sogenannten Laue-, Doneo-Filme usw. In der Wissenschaft werden die Aufnahmen fast durchweg ohne Folien gemacht. Unter einer Folie versteht man einen mit Kalziumwolframat gleichmäßig bestrichenen Pappendeckel. Das Kalziumwolframat hat die Eigenschaft, unter dem Einflusse von Röntgenstrahlen mit blauem Lichte zu fluoreszieren. Da das Spektralgebiet des Lichtes der

Folie gerade zusammenfällt mit dem für die Bromsilberschicht der Platte am meisten empfindlichen Bezirk, außerdem aber Wolfram eine hohe Atomnummer hat und Röntgenstrahlen sehr stark absorbiert, daher die Folie zu starkem Leuchten angeregt wird, so kann man mit Verwendung von Verstärkerfolien die Belichtungszeit unter Umständen wesentlich reduzieren. Das Nachleuchten der Folien kann durch rotes Dunkelkammerlicht wieder ausgelöscht werden. Da aber weiche Röntgenstrahlen in der Folienschicht sehr stark absorbiert werden, so kann es vorkommen, daß das blaue Leuchten der Folie im Inneren der Schichtdicke angeregt wird und gar kein oder nur sehr wenig Fluoreszenzlicht die Oberfläche des Schirmes verlassen kann. Je härter die Strahlung ist, desto intensiver ist das Leuchten der Folie und damit ihr Verstärkungsfaktor. Man kann also durch Folien insoferne ein falsches Bild, speziell bei den später zu besprechenden LAUE-Aufnahmen, erhalten, als die von den harten Strahlen herrührenden Punkte sehr starke Schwärzungsstellen auf dem Film hinterlassen, während die von den weichen Strahlen getroffenen Stellen überhaupt unsichtbar bleiben. Für Aufnahmen mit weichen Röntgenstrahlen ist also eine Verstärkerfolie nicht empfehlenswert.

Für den Film liegen die Verhältnisse gerade entgegengesetzt. Weiche Strahlen werden von der Emulsion des Films viel stärker absorbiert wie harte, so daß die Empfindlichkeit des Films für weiche Strahlung höher ist als für harte Strahlung. Die Aufnahmen des Verfassers wurden durchweg ohne Verstärkerfolien ausgeführt. Aufnahmen ohne Verstärkerfolien unterscheiden sich von gewöhnlichen photographischen Aufnahmen in erster Linie dadurch, daß die Schwärzung der Platte oder des Films nicht nur an ihrer Oberfläche auftritt, sondern durch die ganze Schichtdicke dringt, weshalb die Entwicklung so lange auszudehnen ist, bis die ganze Schicht ausentwickelt ist. Es ist also eine Entwicklung nach Zeit sehr zu empfehlen. Für die subjektive Beobachtung des Röntgenbildes wird ebenfalls die Fluoreszenzstrahlung verwendet, doch ist darauf zu achten, daß in diesem Falle das Licht des Schirmes so gewählt werden muß, daß es annähernd in diesen Spektralbezirk fällt, für den das Auge besonders empfindlich ist. Die Farbe, auf die das Auge besonders

anspricht, liegt im Gelblichgrünen und entsteht entweder durch das Fluoreszenzlicht des Bariumplatinzyanürs oder des Zinksilikats.

Für die Untersuchung nach der Absorptionsmethode ist es von besonderer Bedeutung, daß der beim Durchgang durch verschiedene, nebeneinander liegende Substanzen auftretende Strahlenkontrast hinter der durchleuchteten Schicht in sehr hohem Maße von der Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung abhängt und bei langwelliger Röntgenstrahlung groß, bei kurzwelliger klein ist. Will man also kleine Materialunterschiede auf der photographischen Platte noch deutlich nachweisen können, so ist dazu die Verwendung weicher Strahlen unter Berücksichtigung der durch die große Absorption bedingten geringen Energie der austretenden Strahlung und der dadurch bedingten längeren Belichtungszeit unerläßlich. Verwendet man für Röntgenaufnahmen Verstärkerfolien, so ist unbedingt darauf zu achten, daß diese Folien mit dem Film in einem besonders innigen Kontakt stehen, da sonst unscharfe Bilder unvermeidlich sind.

Einige wenige Bilder aus der großen Anzahl der in unserer Versuchsanstalt ausgeführten Grobstrukturuntersuchungen sollen das oben Gesagte bestätigen.

In Abb. 7 sei ein technischer Aluminiumguß gebracht, der den Typus eines luftblasenreichen Gusses darstellt. Da die hier gebrachten Bilder Positive sind, rühren die hellen Stellen von Substanzen her, die für Röntgenstrahlen durchlässiger sind als ihre Umgebung. Die dunkleren Stellen rühren von undurchlässigeren Materialien her. Da Luft für Röntgenstrahlen durchlässiger ist als Aluminium, so erscheinen Luftblasen im Positiv als weiße Stellen. Der Guß sieht äußerlich ganz homogen aus und hätte im Falle seiner Verwendung sehr leicht Anlaß zu Betriebsstörungen gegeben.

Abb. 8 zeigt den Deckel eines Automobil-Leichtmetallkolbens. Man sieht wieder die deutlich ausgeprägten Luftblasen, die eine Beeinträchtigung der Brauchbarkeit des Kolbens bedeuten.

Bei Abb. 9, die ebenfalls von einem Automobil-Leichtmetallkolben stammt, sehen wir zwar keine ausgesprochenen Luftblasen, dafür aber zahlreiche Lunker, die das Material ganz durchziehen und dadurch seine Festigkeit beeinträchtigen.

Sehr interessant sind die beiden nächsten Abbildungen. Abb. 10 ist das Röntgenogramm eines Leichtmetallagers aus einer Aluminium-Kupfer-Legierung. Die tannenbaumartigen Verästelungen der schwarzen Striche rühren von Verästelungen von Materialien mit höherer Atomzahl in solchen von einer niedrigeren Atomnummer her. Es ist also aus diesem Röntgenbild zu ersehen, daß statt einer vollständigen Bindung Ausscheidungen und Ablagerungen des höheratomzahligen Materials eingetreten sind. Abb. 11 zeigt das Röntgenogramm eines Leichtmetallstückes, an dem starke Verreibungen beobachtet werden konnten. Das Röntgenogramm sollte ohne Veränderung oder Beschädigung des Materials den exakten Beweis liefern, ob Schmirgel oder Eisen in das Material hineingerieben wurde. Da die Verreibungsstellen bei Eisen dunkler, bei Schmirgel wegen seiner niedrigen Atomzahlen heller als seine Umgebung herauskommen müssen, ist aus dem Röntgenogramm zu ersehen, daß in das Material Eisen verrieben wurde.

Der Beweis für die Homogenität des Materials kann unter Umständen nicht nur für die Prüfung von Fertigfabrikaten, sondern auch für die Erzeugung wertvoll sein. So wurden bestimmte Eigenschaften von Blechen auf mutmaßliche Lunker im Inneren zurückgeführt. Da durch das Röntgenogramm das vollständige Fehlen solcher schadhafter Stellen bewiesen werden konnte, war es dann ein leichtes, die Ursache für das merkwürdige Verhalten des Materials in anderer Richtung zu suchen und auch zu finden. Über die Anwendung der Röntgenuntersuchung in der Schweißtechnik zur Untersuchung des Grades der Verschweißung sowie auf Schlackenbildung ist schon so viel geschrieben worden, daß hier dieses so wichtige Gebiet nur mehr erwähnt werden braucht.

Daß die Röntgenographie für die Untersuchung von besonders wertvollen Stücken , z. B. von Flugzeugpropellern, Achsen, Automobil- und Eisenbahnbestandteilen, naturgemäß immer größere Bedeutung erlangen und bald unentbehrlich werden wird, ist nach dem oben Gesagten nur zu verständlich.

## II. Die Untersuchungen nach der Interferenzmethode.

Diese Untersuchungsmethode, der nach der Meinung des Verfassers die größte Bedeutung zukommt, da sie Einblicke in das Gefüge des Materials ermöglicht, die mit anderen Mitteln und Methoden nie erreicht werden können, beruht letzten Endes auf der oben besprochenen Entdeckung M. v. LAUE's. Sie wird auch oft kurz Feinstrukturuntersuchung genannt.

Man kann diese Untersuchungsmethode nach dem heutigen Stand ihrer Anwendung in fünf Gruppen gliedern, von denen alle auf die BRAGG'sche Reflexionsgleichung, bezw. die LAUE-Methode zurückgeführt werden können.

### 1. Die LAUE-Methode.

Für die LAUE-Methode kommt weißes Röntgenlicht zur Anwendung, das einer Röntgenröhre mit einer Anode aus einem Metall mit hoher Atomzahl, heute meist Wolfram, entstammt. Um richtige LAUE-Aufnahmen zu erhalten, ist es wichtig, die Spannung an der Röntgenröhre nicht über zirka 70 KV zu steigern, da bei höheren Spannungen die K-Eigenstrahlung des Wolframs angeregt wird, so daß kein kontinuierliches, sondern ein von vier monochromatischen Strahlungen überlagertes Spektrum zur Verfügung stünde. Auch bei niedrigeren Spannungen ist das Spektrum schon mit charakteristischen Strahlungen durchsetzt, doch sind diese nicht von Bedeutung, da die Strahlen der langwelligen L-, M- und N-Serien bereits von der Röhrenwand absorbiert werden.

Das so erhaltene weiße Röntgenlicht wird durch mehrere hintereinandergestellte Lochblenden aus Blei von durchschnittlich 1,5 mm Durchmesser ausgeblendet und so parallel gemacht. In den Strahlengang dieses parallelen Strahles wird nun ein Kristall gebracht; nach der BRAGG'schen Reflexionsgleichung werden nun nur diejenigen Röntgenstrahlen abgebeugt, deren Wellenlängen $\lambda$ der Gleichung für die in den verschiedenen Richtungen des Kristalls verschiedenen Netzebenenabstände genügen. Bringt man nun hinter den Kristall eine photographische Platte, bezw. einen doppelt begossenen Film (bei Verwendung eines Films

reduziert sich die Belichtungszeit auf zirka die Hälfte), so zeigen sich nach der Entwicklung der Platte rund um den Primärstrahl, der zur Vermeidung schwarzer Höfe auf dem Film durch einen in seinen Gang geschalteten Bleipunkt von dem Film abgehalten wird, symmetrisch angeordnete Schwärzungspunkte. Die Symmetrie der punktförmigen LAUE-Punkte ist bei der Aufnahme von Diagrammen von Einkristallen durch die symmetrische Anordnung der Atome im Kristall bedingt. Der Abstand der Platte von dem Kristall wird je nach der Beugungsfähigkeit der Kristalle zwischen 3 und 8 cm schwanken. Die Expositionszeiten schwanken bei technischen Aufnahmen je nach der Kristallart, Strahlenart, Fokus-Kristall-Plattenabstand und Blendenöffnung zwischen 150 und 1500 Milliampereminuten. Dieser Ausdruck, der als Produkt von Röhrenstromstärke und Belichtungszeit anzusehen ist, ist von Wichtigkeit, da die Röhrenstromstärke ja ein Maß für die Quantität der Röntgenstrahlung gibt und bei großen Quantitäten die Expositionszeiten begreiflicherweise kürzer sind als bei geringen Röhrenstromstärken. Um die Belichtungszeiten möglichst abzukürzen, ist die Fokus-Kristalldistanz so klein zu wählen, als dies hochspannungstechnisch möglich ist. Bei Metallröntgenröhren mit geerdetem Metallgehäuse oder bei Verwendung von Bleiglasblenden kann diese Distanz wesentlich kleiner gewählt werden als bei Anwendung abgeschmolzener Röhren und Metallblenden. Aus dem LAUE-Bild von Einkristallen ist es möglich, sowohl Schlüsse auf die Kristallsymmetrie, die Indizes der reflektierenden Netzebenen, als auch auf die Größe der reflektierten Wellenlängen zu ziehen.

Verwendet man aber die LAUE-Methode nicht nur für die Untersuchung von Einkristallen, sondern untersucht man mit ihr Kristallkonglomerate, wie sie ja in der Technik normalerweise vorliegen, also z. B. dünne Bleche oder aus großen Stücken äußerst vorsichtig herausgearbeitete Blättchen von zirka 0,1 mm Dicke, so leistet die LAUE-Methode, wie aus den im folgenden beschriebenen Aufnahmen zu ersehen ist, ganz hervorragende Dienste. Aus der Fülle der von uns gemachten Untersuchungen seien nur einige neuere herausgegriffen und bezüglich der älteren Arbeiten auf diesem Gebiet auf den Vortrag des Verfassers, gehalten auf der Hauptversammlung des Deutschen und Öster-

reichischen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik im Oktober 1929 in Wien, verwiesen[6]). Durchstrahlt der parallele Röntgenstrahl nicht einen Einkristall, sondern ein Konglomerat, so werden die Interferenzpunkte auf der photographischen Platte das Aussehen von mehreren übereinander kopierten LAUE-Aufnahmen annehmen, da ja die einzelnen Kristalle jeder für sich eine Anzahl von LAUE-Punkten liefern.

Aus der Zahl der auf einem LAUE-Diagramm sichtbaren Interferenzpunkte kann man vorerst unter sonst gleichen Bedingungen auf die Anzahl der von den parallelen Röntgenstrahlen getroffenen Kristalle schließen; kennt man die Größe der von den abzubeugenden Röntgenstrahlen getroffenen Präparatfläche, so kann man auf die Kristallgröße, bezw. ihre Zahl pro Flächeneinheit empirisch schließen. Ist das Material sehr feinkörnig, so treffen infolge der von den zahlreichen Kriställchen erzeugten großen Zahl von LAUE-Punkten die einzelnen gebeugten Strahlen die Platte in so geringen Abständen, daß diese sich nicht mehr unterscheiden lassen, so daß das LAUE-Bild einer solchen Substanz einen gleichmäßig geschwärzten Kreis um den Primärstrahl bildet. Solche LAUE-Bilder sind nach der Erfahrung des Verfassers besonders bei Eisen sehr häufig. In Abb. 12 ist das LAUE-Diagramm einer Probe aus einem Leichtmetallguß wiedergegeben. Diese sowie die folgenden LAUE-Aufnahmen, die mit einer 6 KW-Media-Metalixröhre mit Wolfromanode aufgenommen wurden, wurden bei einer Spannung von 53 $KV_{max}$, einer Röhrenstromstärke von 10 MA und einer Blendenöffnung von 1,5 mm Durchmesser eine Stunde lang exponiert. Als Aufnahmematerial fand ein doppelt begossener Doneo-Film Verwendung. Die Anwendung von Selbstschutzröhren empfiehlt sich nicht nur wegen des Strahlenschutzes, sondern auch wegen ihres geringen Durchmessers. Bei der Anwendung von Selbstschutzröhren ist allerdings zu beachten, daß von dem Metall der Röntgenröhrenmitte keine Funken auf die Kamera sprühen dürfen, da dadurch die Röhre zu Schaden kommen kann. Aus der eben besprochenen Aufnahme, bei der die LAUE-Punkte relativ weit auseinanderliegen, ist zu ersehen, daß äußerst grobkristallines Gefüge vorliegt. Dieser Befund wurde auch durch Mikroskopaufnahmen bestätigt.

[6]) Siehe E. u. M., 1929, Heft 52, Seite 1151 ff.

Es wurden vier verschiedene Güsse zur Überprüfung und Verbesserung der Gießbedingungen in dieser Richtung untersucht und bei zweien das nahezu gleiche LAUE-Bild gefunden. Die dritte Probe ergab das in Abb. 13 reproduzierte Diagramm, das infolge der Häufung der LAUE-Punkte in gewissen ausgezeichneten Richtungen einen Richtungseffekt der Kristalle anzeigt und außerdem aus der wesentlich geringeren Zahl von Interferenzpunkten erkennen läßt, daß die Korngröße dieser Kriställchen wesentlich größer ist als die der beiden vorher besprochenen.

Sehr aufschlußreich für die Materialuntersuchung mit Röntgenstrahlen ist das LAUE-Bild der Abb. 14, das an Stelle der LAUE-Punkte feine radiale Striche, sogenannte Asterismen, aufweist. Derartige Verzerrungen der LAUE-Punkte treten immer als Folge von Gitterstörungen auf und bilden einen klaren Beweis für das Vorhandensein innerer Spannungen im Material. Doch müssen nicht alle ausgezerrten Striche Asterismen darstellen. Es ist vielmehr sehr darauf zu achten, ob die Striche durch Aneinanderreihung von LAUE-Punkten in einer bestimmten Richtung zustande kommen oder ob überhaupt an Stelle der Punkte Striche entstehen, die eben nur ausgezerrte Punkte sind. Im ersteren Falle ist die Entstehung der Striche auf einen Richtungseffekt der Kristalle zurückzuführen, wie er auch beim Ziehen, Walzen usw. entsteht. Bei so vorbearbeiteten Materialien sind die Kriställchen nicht wie normal angeordnet, sondern bis zu einem gewissen Grad gleichgerichtet. Es treten daher in gewissen ausgezeichneten Richtungen stärkere Reflexionen auf als in anderen, so daß die Schwärzung der Platte, bezw. die Anordnung der LAUE-Punkte in gewissen Richtungen bevorzugt ist. Doch ist es mit einiger Übung ein leichtes, zu entscheiden, ob Asterismen oder Richtungseffekte vorliegen. In vorliegendem Falle der Abb. 14 sind sowohl Asterismen als auch Richtungseffekte zu erkennen. Die dickeren, kurzen Striche sind auf Orientierung der Kriställchen, die dünnen, langen auf Gitterstörungen zurückzuführen. Verwendet man statt heterogener monochromatische Röntgenstrahlen, so sind Verwechslungen zwischen Asterismen und Richtungseffekten ausgeschlossen, doch muß man wegen der geringeren Intensität bei Verwendung monochromatischer Strahlung wesentlich längere Expositionszeiten als bei heterogener Strahlung in Kauf nehmen. Im

allgemeinen kann gesagt werden, daß der Fachmann mit der LAUE-Methode für diese Untersuchungsart fast immer sein Auslangen finden wird. Die von diesen Materialien angefertigten DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen erwiesen sich als identisch.

Ein deutliches Beispiel für die Erkennung von Richtungseffekten mit heterogener Strahlung ist in Abb. 15 zu sehen. Die Aufnahme stammt von einer Probe aus einem gezogenen Kupferrohr. Die einzelnen LAUE-Punkte liegen in den sechs dunklen Flecken so dicht beieinander, daß sie nicht mehr erkannt werden können. Ein anderes mit dem eben besprochenen chemisch identisches Kupferrohr wurde ebenfalls mit heterogener Strahlung nach der LAUE-Methode untersucht und es ergab sich dabei das in Abb. 16 ersichtliche Diagramm. Dieses Diagramm ist ein typisches Beispiel für innere Spannungen, wie aus der Auszerrung der LAUE-Punkte ersichtlich ist. Diese beiden Kupferrohre wurden dann in Holzkohle geglüht und von beiden Proben ein LAUE-Diagramm hergestellt. Abb .17 stammt von derselben Probe wie Abb. 15, nur nach der Glühbehandlung aufgenommen. Abb. 18 entspricht der Abb. 16 nach dem Glühprozeß mit Holzkohle. Vergleicht man die Abb. 17 mit Abb. 18, so bemerkt man, daß bei Abb. 17 die Striche schon mit zahlreichen Punkten durchsetzt sind, daß also neben Gitterstörungen auch schöne LAUE-Punkte auftreten, die auf den Rekristallisationsvorgang zurückzuführen sind. In Abb. 18 hingegen sind nur Asterismen ohne LAUE-Punkte zu bemerken. Die nicht geschlossenen Interferenzflächen sind ein Beweis für grobkristallines Gefüge des Materials. Man sieht also aus diesen beiden Bildern als weiteres Anwendungsgebiet für die Röntgenuntersuchung den Nachweis von Rekristallisationserscheinungen. Glüht man diese beiden Rohre nicht im Holzkohlenfeuer, sondern in der Leuchtgasflame, so ergeben die Röntgenaufnahmen die Diagramme 19 und 20, dem Kupfer der Abb. 15 entspricht die Abb. 19, dem der Abb. 16 die Abb. 20. In Abb. 19 sind die Asterismen wesentlich geringer als in Abb. 20. Die Rekristallisationserscheinungen sind bei Abb. 19 ebenfalls viel deutlicher sichtbar als bei Abb. 20.

Diese Untersuchungen wurden ausgeführt, um die Ursache der größeren Härte und Brüchigkeit der in Abb. 16, 18 und 20 dargestellten Cu-Rohre im Vergleich zu den haltbareren der Abb. 15, 17

und 19 zu ergründen. Wie aus den Diagrammen hervorgeht, ist die Erklärung für dieses Verhalten in den verschiedenen Kristallisationseigenschaften zu suchen.

Es lag die Vermutung nahe, daß sich zu diesen Unterschieden in den Kristallisationseigenschaften vielleicht auch Veränderungen der Gitterkonstante und des Gittertypus gesellen. Es wurden daher von drei Proben auch DEBYE-SCHERRER-Diagramme, deren Prinzip weiter unten besprochen werden soll, ausgeführt. Abb. 21 zeigt eines dieser Diagramme, das mit einer Eisenröhre bei zirka 20 $KV_{max}$ und 10 MA aufgenommen wurde. Die vollständige Identität aller drei Diagramme war ein Beweis dafür, daß Gitterkonstante und Typus bei den drei untersuchten Proben vollständig identisch sind, weshalb auch nur ein Diagramm zur Abbildung gelangt.

Es ist aus obigen Bildern zu ersehen, daß die LAUE-Methode unbedingt auch sehr wichtige Aufschlüsse über die Eigenschaften der Materialien zu geben vermag und Unterschiede aufdeckt, die im DEBYE-Diagramm nicht ersichtlich werden. Es ist daher unter allen Umständen notwendig, beide Methoden kombiniert anzuwenden.

### 2. Die DEBYE-SCHERRER-Methode.

Diese Methode beruht wieder auf der in der BRAGG'schen Gleichung erfaßten Reflexionsbedingung der Röntgenstrahlen. Gelangt nämlich für eine Röntgenuntersuchung nicht heterogene, sondern monochromatische Strahlung zur Anwendung, an Stelle eines Einkristalls aber ein vielkristallines Konglomerat, so wird diese eine vorhandene Wellenlänge nach allen jenen Richtungen abgebeugt werden, für die die Netzebenenabstände gerade jene Werte haben, daß zusammen mit der Wellenlänge die BRAGG'sche Gleichung erfüllt wird. Da als vielkristallines Konglomerat auch Kristallpulver verwendet werden kann, wird diese Methode auch Pulvermethode genannt. Das parallele, monochromatische Röntgenstrahlenbündel wird in diesem Falle nicht auf einen Kristall oder ein Plättchen auffallen gelassen, sondern auf einen Stab, der aus dem zu untersuchenden Präparat besteht. Damit alle Netzebenen an der Reflexion beteiligt werden, wird das Präparat gedreht. Es gehen nun gemäß der Reflexionsgleichung von der mit Kristallen erfüllten und von Röntgenstrahlen getroffenen Stelle die Reflexions-

strahlen in Kegelform weg, deren Scheitel im Auftreffpunkt des direkten Strahles am Präparat liegt. Diese Strahlen werden dann auf einem Film aufgenommen, der das Präparat zylindrisch umgibt und dessen Achse das Präparat ist. Die auf dem Film entstehenden Linien sind Schnittlinien von Kreiskegeln mit einem Zylindermantel, also Kurven vierter Ordnung. Diese Methode, mit der auch sehr häufig Drähte usw. untersucht werden, da in diesem Fall der Draht direkt als Präparat Verwendung finden kann, falls er nur nicht zu dick ist, findet ihre Anwendung häufig dann, wenn es sich um die Feststellung handelt, ob ein Körper kristallin oder amorph ist. Aber auch in der Legierungskunde liefert diese Methode sehr wertvolle Resultate, da sie es gestattet, Mischkristalle, eutektische Gemenge und chemische Verbindungen zu unterscheiden. Im Falle eines eutektischen Gemenges treten die DEBYE-SCHERRER-Linien beider Substanzen gleichzeitig nebeneinander auf, im Falle einer chemischen Verbindung entsteht überhaupt ein neues Gitter, daher auch andere Linien, und im Falle der Mischkristallbildung sind häufig nur die Linien des in größerer Konzentration vorhandenen Materials, in das die anderen Atome unter Veränderung der Größe der Gitterzelle eintreten, zu erkennen. Auch Kristallgrößen und innere Spannungen können mit dieser Methode, wenn auch nicht so deutlich wie mit der LAUE-Methode, nachgewiesen werden. Für ganz geringe Gitterstörungen ist die DEBYE-Methode geeigneter als die LAUE-Methode. Sehr wertvolle Dienste hat die DEBYE-Methode bei der Untersuchung isomerer Substanzen geleistet. Auch zur Ermittlung der Gitterkonstante wird das DEBYE-Diagramm oft mit Erfolg angewandt.

Die oben besprochenen LAUE- und DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen wurden vom Verfasser mit einer von ihm für DEBYE- und LAUE-Aufnahmen konstruierten Universalkamera angefertigt. Abb. 22 gibt das Prinzip der Kamera für DEBYE-Aufnahmen wieder.

Da die Herstellung verschiedener Blenden aus Bleiglas auf technische Schwierigkeiten stößt, anderseits aber die Kamera in möglichste Nähe der Röhre gebracht werden soll, wurde diese Kamera auf Isoliermaterial, das in der Abbildung mit i bezeichnet ist, gestellt. Zur Horizontalstellung der Kamera sind in das Isoliermaterial drei Stellschrauben eingelassen. Um das Präparat immer

rasch zentrieren zu können, wurde die Einrichtung so getroffen, daß das obere und untere Ende des Präparats p in die beiden mit a bezeichneten Amerikaner eingespannt wird. Dadurch ist eine automatische Zentrierung des Präparats gegeben. Um das Präparat um seine eigene Achse drehen zu können, sind beide Amerikaner durch die Zahnräder z mit dem Uhrwerk u in Verbindung. Um Fehler durch die Zahnluft möglichst zu vermeiden, dreht das Uhrwerk nicht einen Amerikaner, sondern eine Metallstange t, die ihrerseits ihre drehende Bewegung durch die Zahnräder auf die beiden Amerikaner überträgt. Durch diese Art der Einspannung ist auch die Aufnahme von Pulverdiagrammen sehr erleichtert. Nach den Erfahrungen des Verfassers eignet sich nämlich zur Herstellung von Pulverdiagrammen am besten eine Glaskapillare, deren äußere Oberfläche mit Zaponlack bestrichen und das Pulver angeklebt wird. Die Kapillare wird durch die beiden Amerikaner zentrisch gehalten. Diese Methode hat gegenüber den sonst üblichen den Vorzug, daß einerseits keinerlei Richtungseffekte des Pulvers auftreten können, anderseits aber die Röntgenstrahlen nicht die Wandungen einer Quarz- oder Glaskapillare durchdringen müssen, was immer zu Absorptionsverlusten und zur Verwaschung der Linien beiträgt.

Der Film wird auf einem zylindrischen Filmträger f, der auf Reitern in die Kamera hineingeschoben werden kann und im Zentrum einen Anschlag besitzt, angebracht. Der vordere Teil des Filmträgers ist aufgeschlitzt, damit er von rückwärts in die Kamera eingeschoben werden kann, ohne durch das Präparat und die Amerikaner behindert zu werden. Die beiden Amerikaner sind hoch und tief verstellbar, um Präparate verschiedener Größe einspannen zu können. Der rückwärtige Teil des Filmträgers ist gelocht, um Reflexionen, die von dieser Stelle ausgehen und zu Fehllinien Anlaß geben könnten, zu vermeiden und die Röntgenstrahlen ungehindert austreten zu lassen. Diese ganze Anordnung ist in einem prismatischen Gehäuse von quadratischer Grundfläche aus Metall mit Bleiüberzug untergebracht und auf zwei Schienen nach vor- und rückwärts verschiebbar.

Sollen mit dieser Kamera LAUE-Aufnahmen angefertigt werden, so wird an Stelle des Präparats eine schwenkbare Bleilochblende eingeklemmt, das Uhrwerk abgehoben und die Amerikaner durch

Stellschrauben in jeder beliebigen Lage zentriert. Auf diese Bleiblende, deren Durchmesser größer als der der Blende b ist, wird das zu untersuchende Präparat mit Klebewachs aufgeklebt und, auf Reitern verschiebbar, von rückwärts eine Kassette für plane Filme eingeführt. Die Kassette ist in der Richtung des Präparats durch schwarzes Papier abgedeckt, auf dem ein Bleipunkt zur Abblendung des Primärstrahles angebracht ist. Um in die Kamera hineinzugelangen, sind die einzelnen Seitenwände nach oben verschiebbar und können herausgenommen werden. Die Kamera schließt vollkommen lichtdicht ab. Auf der rückwärtigen Wand der Kamera ist ein Ansatz l mit einem Leuchtschirm und Bleiglasschutz zum Zentrieren der Kamera sowohl für LAUE- als auch für DEBYE-Aufnahmen angebracht. Für DEBYE-Aufnahmen kann bei dieser Kamera auch leicht eine elektrische Heizeinrichtung für das Präparat so eingerichtet werden, daß der eine Amerikaner isoliert eingeführt wird und der Strom an die beiden Amerikaner angeschlossen wird.

Um die Bilder so klar zu erhalten, wie es die Abbildungen zeigen, ist es nötig, besonderes Augenmerk auf die Konstruktion der Blende b zu legen. Der schraffierte Teil der Blende ist aus Messing, der dick ausgezogene aus Blei. Die Bleiblende ist vorn enger gehalten als rückwärts. Die Messinghülse erweitert sich gegen das Ende konisch, um den größten Teil der Interferenzlinien des Bleis abzuhalten. Die Blende wurde ähnlich der im Lehrbuch GLOCKER's[7]) beschriebenen konstruiert und bewährt sich sehr gut. Um auf andere Blendendurchmesser übergehen zu können, sind die einzelnen Blenden schraubbar. Damit eine neue Blende bestimmt wieder die richtige Lage gegenüber dem Präparat einnimmt, ist sie horizontal auf einem fixierbaren Schlitten verschiebbar.

Um klare Bilder zu erreichen, ist es wichtig, die Spannung an der monochromatische Strahlung erzeugenden Röhre nicht zu hoch zu wählen. Es ist nun noch nötig, die übrigen Methoden der Feinstrukturuntersuchung kurz zu besprechen.

### 3. Texturdiagramme.

Unter einem Texturdigramm versteht man eine LAUE-Aufnahme von einem Kristallkonglomerat mit monochromatischer Strahlung.

[7]) GLOCKER, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, 1927, S. 172.

Da diese Methode große Ähnlichkeit mit der unter den LAUE-Aufnahmen besprochenen Methode hat, kann sofort auf die Methode nach BRAGG übergegangen werden.

### 4. Methode nach BRAGG.

Die Methode nach BRAGG ist dadurch charakterisiert, daß eine monochromatische Strahlung von einem in Drehung befindlichen Einkristall reflektiert wird und diese Reflexionslinien auf einem zylindrischen Film aufgenommen werden. Eine Erweiterung dieses Verfahrens ist das zur Ermittlung der Kristallgitterstruktur häufigst verwendete

### 5. Verfahren zur Herstellung vollständiger Diagramme nach SEEMANN und SCHIEBOLD.

Bei diesem Verfahren werden nicht nur die Reflexionen in der horizontalen Kristallebene, sondern auch die über und unter dieser Ebene liegenden Interferenzpunkte aufgenommen und ausgewertet.

Selbstverständlich gibt es von jeder dieser Aufnahmearten noch eine Zahl von Modifikationen, auf die aber wegen Raummangels hier nicht näher eingegangen werden kann.

Für die Chemie von großer Bedeutung ist die Röntgenspektroskopie, die einerseits auf der Beugung der Röntgenstrahlen an einem Kristallgitter, anderseits auf der Eigenschaft der Stoffe beruht, charakteristische Strahlungen auszusenden. Mit diesen Emissionsspektren steht, wie man dies ja von der Spektroskopie im sichtbaren und ultravioletten Teil des Spektrums gewöhnt ist, ein Absorptionsspektrum in engem Zusammenhang. Diese Methode ist sowohl für qualitative als auch quantitative Analyse verwendbar, doch ist ihre Anwendung in der Praxis noch so gering, daß es im Rahmen dieser Arbeit nicht notwendig ist, näher darauf einzugehen.

Röntgenstrahlen haben bekanntlich die Eigenschaft, an Körpern, von denen sie absorbiert werden, Veränderungen hervorzurufen. Auf derselben Eigenschaft beruht auch ihre genugsam bekannte, schädigende Einwirkung auf den Organismus. Aus dem oben Gesagten ist ersichtlich, daß weiche Röntgenstrahlen, die schon von der Haut sehr stark absorbiert werden, die Haut, harte, die erst im

Körperinnern absorbiert werden, die inneren Organe schwer zu schädigen vermögen. Es ist also ein ausreichender Röntgenschutz, wie er z. B. im Merkblatt der Deutschen Röntgengesellschaft angegeben ist, für das Arbeiten mit Röntgenstrahlen unerläßlich.

Zusammenfassend können wir feststellen, daß die Röntgenographie in der Materialuntersuchung bereits eine große Bedeutung erlangt hat. Ist auch ein großer Teil der erfolgreichen röntgenographischen Untersuchungen auf Metalle beschränkt, so kann man trotzdem schon jetzt erkennen, daß die Röntgenographie befähigt ist, auch bei den Untersuchungen von organischen Substanzen dereinst eine große Rolle zu spielen. Ist doch die Röntgenographie, um nur ein Beispiel anzuführen, das einzige Mittel, um Beugungserscheinungen, die durch die Anordnung der Atome selbst hervorgerufen werden, zu studieren.

Sämtliche in dieser Abhandlung veröffentlichten Röntgenuntersuchungen wurden vom Verfasser in der Versuchsanstalt für röntgentechnische Materialuntersuchungen in Wien ausgeführt.

## Zusammenfassende Darstellungen über röntgenographische Strukturanalyse.

K. Becker, Röntgenographische Werkstoffprüfung. Braunschweig 1929.

P. Cermak, Die Röntgenstrahlen. Leipzig 1923.

P. P. Ewald, Der Aufbau der festen Materie und seine Erforschung durch Röntgenstrahlen. In „Handbuch der Physik", Bd. 24, Kap. 4, S. 191—369, Berlin 1927.

R. Glocker, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen. Berlin 1927

H. Mark, Die Verwendung der Röntgenstrahlen in Chemie und Technik. Leipzig 1926.

M. C. Neuburger, Kristallbau und Röntgenstrahlen. Stuttgart 1924.
Röntgenographie des Eisens und seiner Legierungen. Stuttgart 1928.
Röntgenographie der Metalle und ihrer Legierungen. Stuttgart 1929.
Röntgenographie der metallischen Kristallarten. 3 Bde. In „Handbuch der Metallographie", herausgeg. von W. Guertler. Berlin 1930. (In Arbeit).

A. Schleede und E. Schneider, Röntgenspektroskopie und Strukturanalyse. Berlin 1929.

VERLAG EMIL HAIM & CO.

Wien, I., Maria-Theresien-Straße 10

# MIKROCHEMIE

Internationales Archiv für deren Gesamtgebiet

Redigiert von

W. Böttger, Leipzig; F. Emich, Graz; H. Eppinger, Freiburg i. B.;
F. Feigl, Wien; F. Pregl, Graz; R. Strebinger, Wien; R. Wasicky, Wien

unter Mitwirkung hervorragender Fachleute

★

MIKROCHEMIE erscheint in zwangloser Folge im Umfange von zirka 30 Druckbogen

PREIS DES JAHRGANGES VIII (1930) RM 40·—
Jahrgang VII (1929) . . . . . RM 40·—
Pregl-Festschrift . . . brosch. RM 24·—, geb. RM 26·—
Frühere Jahrgänge (I—VI) . . . . . je RM 21·—

Prospekte stehen auf Wunsch zur Verfügung

**F. Regler,** Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.



Abb. 2.
Strahlenschutzröhre mit Spülstutzen für dauernde Wasserkühlung (113 KV).

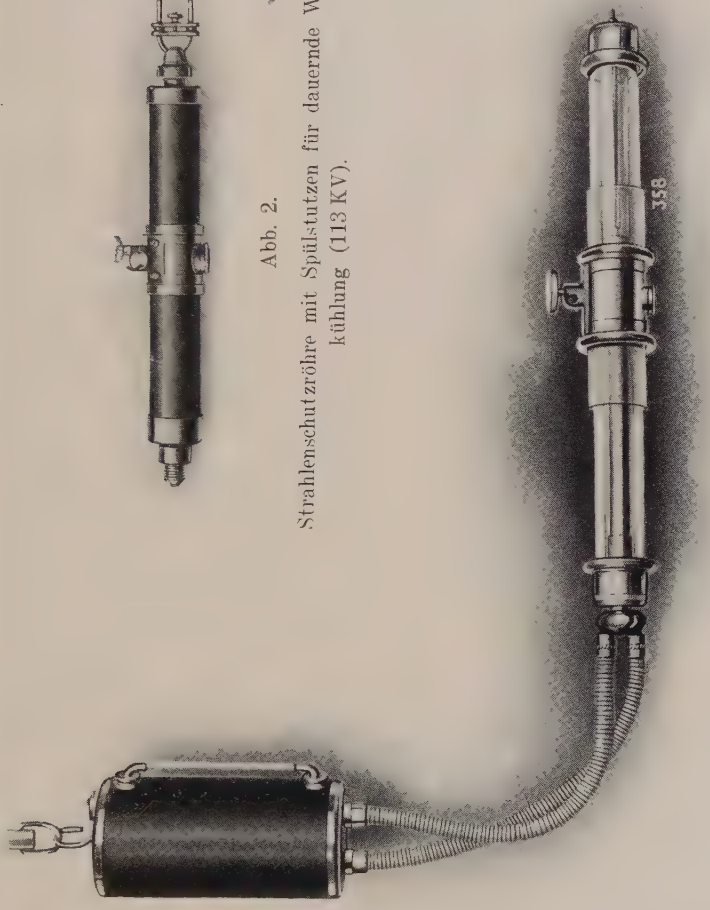



Abb. 1.
Strahlenschutzröhre mit Spülstutzen für dauernde Wasserkühlung (220 KV).

Verlag von **Emil Haim & Co.,** Wien und Leipzig

**F. Regler,** Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

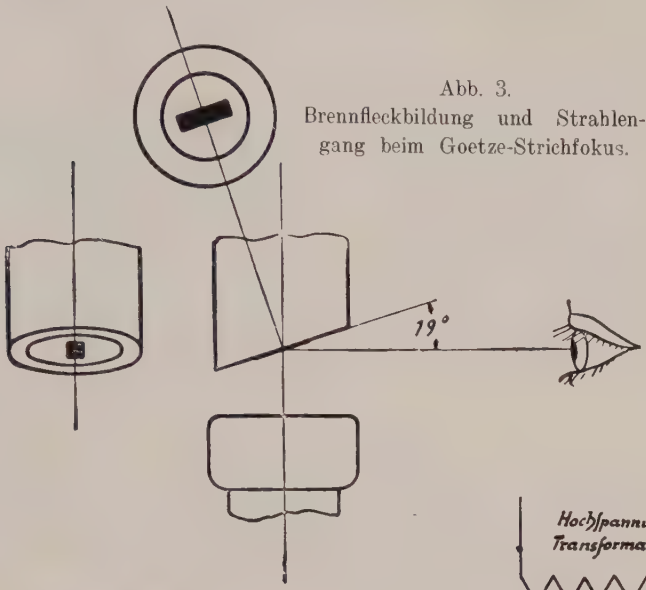



Abb. 3.
Brennfleckbildung und Strahlengang beim Goetze-Strichfokus.

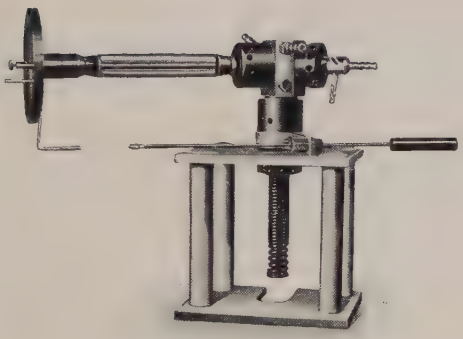


Abb. 4.
Metall-Röntgenröhre nach Dr. Ott.
(Zum Betrieb an der Pumpe.)

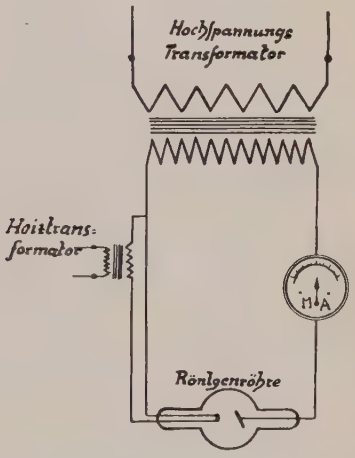



Abb. 5.
Prinzipschaltbild eines Halbwellenapparates.

Abb. 6.
Röntgenröhre mit vier Lindemann-Fenstern und Spülstutzen.

Verlag von **Emil Haim & Co.,** Wien und Leipzig

**F. Regler,** Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

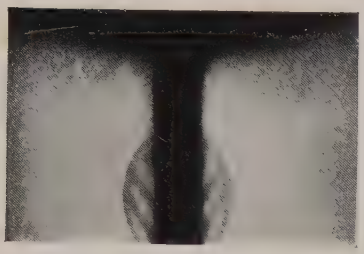


Abb. 7.

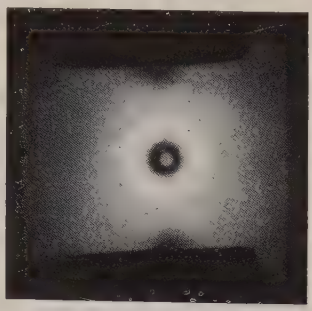


Abb. 8.

Leichtmetallgüsse mit Luftblasen.

Abb. 9. Leichtmetallguß mit Lunkern.

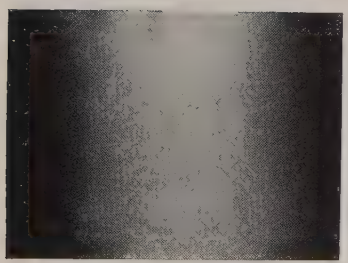


Abb. 10. Seigerung.

Abb. 11. Verreibung.

Verlag von **Emil Haim & Co.,** Wien und Leipzig

**F. Regler**, Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

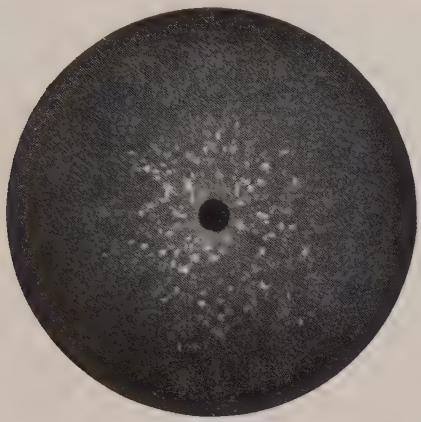


Abb. 12.
Laue Diagramm eines Leichtmetallgusses.

Abb. 13.
Laue-Diagramm eines Leichtmetallgusses mit Richtungseffekt.

Abb. 14.
Laue-Diagramm eines Leichtmetallgusses mit inneren Spannungen.

Verlag von **Emil Haim & Co.**, Wien und Leipzig

**F. Regler,** Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

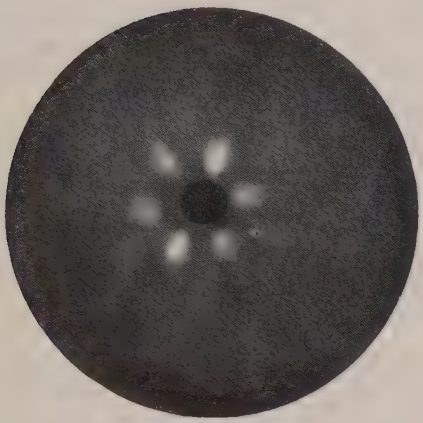


Abb. 15.

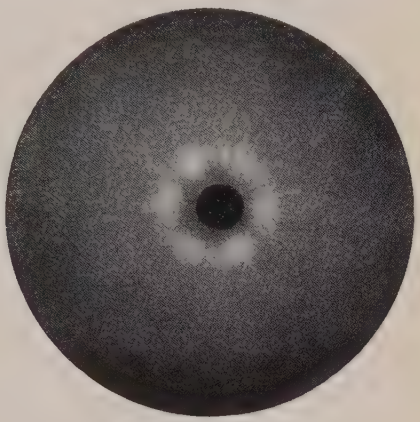


Abb. 16.

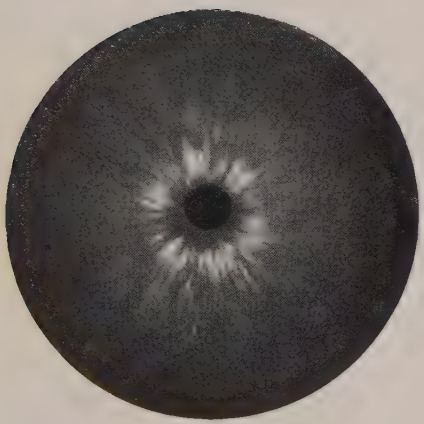


Abb. 17.

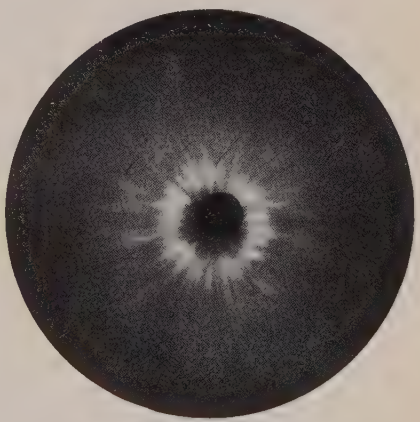


Abb. 18.

Laue-Diagramme von Kupferproben. (Siehe pag. 33.)

Verlag von **Emil Haim & Co.,** Wien und Leipzig

**F. Regler**, Materialuntersuchungen mit Röntgenstrahlen.

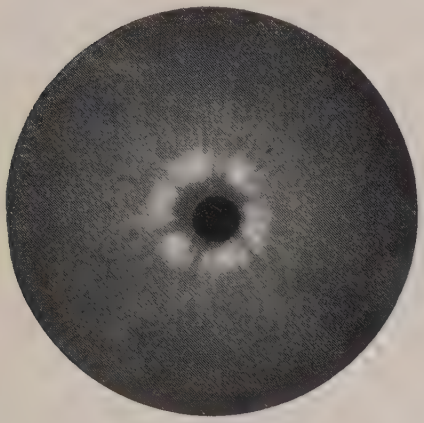


Abb. 19.

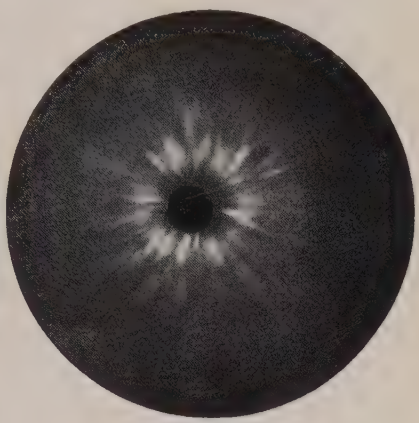


Abb. 20.

Laue-Diagramme von Kupferproben. (Siehe pag. 33.)

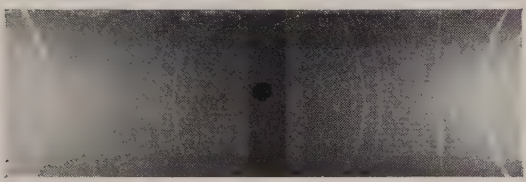


Abb. 21.

Debye-Scherrer-Diagramm einer Kupferprobe auf einem zylindrischen Film.

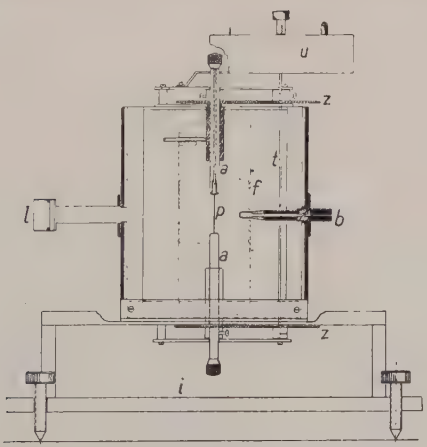



Abb. 22.

Universalkamera für Laue- und Debye-Scherrer-Diagramme nach Dr. Regler.

Verlag von **Emil Haim & Co.**, Wien und Leipzig

# Röntgenographie und Chemie.

Von **M. C. Neuburger**, Wien.

Der glückliche Gedanke M. v. LAUE's, die Kristalle als Beugungsgitter für die Röntgenstrahlen zu benutzen, ist für die Chemie von weittragendster Bedeutung gewesen, und eine eingehende Darstellung sämtlicher bis heute mit Hilfe dieser neuen Forschungsmethode gewonnenen Ergebnisse würde ein mehrbändiges Werk beanspruchen, da die Röntgenographie auf fast sämtlichen Spezialgebieten der wissenschaftlichen und technischen Chemie neue, wertvolle Ergebnisse geliefert hat.

Trotzdem wir hier nur über einige wenige Beispiele in aller Kürze berichten können, hoffen wir, einen Begriff vom großen Wert der Röntgenographie als Forschungsmethode geben zu können.

Für die Grundgesetze der Chemie ist eines der wichtigsten Ergebnisse der Kristallstrukturforschung, daß die Vorstellungen über den Aufbau chemischer Moleküle bestätigt werden konnten. So entspricht z. B. der innere Aufbau des Diamanten vollständig den chemischen Annahmen über das tetraedrische Kohlenstoffatom, da jedes Kohlenstoffatom im Diamantkristall sich in den Ecken eines Tetraeders befindet und von vier anderen Kohlenstoffatomen umgeben ist. Die Röntgenographie des Diamanten hat somit den experimentellen Beweis für die Richtigkeit der Hypothese von VAN'T HOFF geliefert. Der Diamantkristall besteht wegen seines tetraedrischen Feinbaues aus einem System von orthokondensierten Kohlenstoff-Sechsringen wie beim Cyklohexan. Ebenso hat die Röntgenographie den experimentellen Beweis für die Richtigkeit der Hypothese von KEKULÉ über die Sechseckform der Benzolringe durch die Untersuchung von Graphit, kristallisiertem Benzol und vieler aromatischer Kohlenstoffverbindungen erbracht. Im Graphitkristall ist keine Tetraedersymmetrie mehr zu finden. Während

die Kohlenstoffatome in der Basisebene sehr nahe aneinandergerückt sind, sind sie in der Richtung der Hauptachse des Kristalls relativ sehr weit voneinander entfernt. Dieses Ergebnis bedeutet, in die Sprache des Chemikers übersetzt, daß eine bestimmte Valenz — die „vierte" — gegen die anderen drei Valenzen in bezug auf den Affinitätsinhalt weit zurücksteht. Es war gerade die Schwierigkeit der Unterbringung dieser vierten Valenz, die den Anstoß für viele Hypothesen über die Konstitution des Benzols gegeben hat. Nach der Kristallstrukturanalyse hat man es in den aromatischen Verbindungen eigentlich mit dreiwertigem Kohlenstoff zu tun, da die vierte Valenz gegen die drei anderen nur sehr wenig in Betracht kommt.

Aber nicht nur diese klassischen Valenzauffassungen, sondern auch die WERNER'sche Koordinationslehre ist durch die Röntgenographie bestätigt worden.

Die Röntgenographie der chemischen Elemente und Verbindungen hat gezeigt, daß die Art des Kristallaufbaues einer gegebenen Substanz abhängig ist von den Eigenschaften der Kristallbausteine, und daß der Feinbau eines Kristalls durch Mengenverhältnis, Größenverhältnis und Polarisationseigenschaften der Kristallbausteine bedingt wird. Das Mengenverhältnis wird durch die chemische Formel bestimmt, das Größenverhältnis ist durch den Raumbedarf der Kristallbausteine festgelegt, und unter Polarisationserscheinungen versteht man die Gesamtheit aller Veränderungen, welche die Kristallbausteine unter der Einwirkung elektrischer Kräfte erleiden. Es bestehen zwischen den Arten der chemischen Bindung und dem Kristallbau gesetzmäßige Beziehungen, und die Kenntnis des Feinbaues der Kristalle hat viele interessante Aufschlüsse über die Arten der chemischen Bindung geliefert. Leider ist es hier unmöglich, auf die außerordentlich wichtigen Ergebnisse einzugehen, die auf dem Gebiete komplizierter Kristallgebäude (organische Verbindungen und Silikate) erhalten wurden, und wir verweisen diesbezüglich auf die Arbeiten von W. H. BRAGG, W. L. BRAGG, H. MARK und V. M. GOLDSCHMIDT[1]). Im Zusammenhang hiermit

[1]) V. M. GOLDSCHMIDT, Berl. Ber. **60**, 1263—1296, 1927. Zeitschr. f. Elektrochemie **34**, 453—463, 1928.

sei auch auf die praktisch wichtigen Ergebnisse über Härte und Festigkeitseigenschaften in Beziehung zum Kristallaufbau hingewiesen.

Aus einer großen Anzahl von wertvollen Ergebnissen über die Bildung von Mischkristallen sei z. B. auf die Mischkristallbildung durch Fällung hingewiesen. In vielen Fällen zeigte es sich, daß die in der Kälte gemeinsam erzeugten Niederschläge bereits aus Mischkristallen bestanden, und diese Tatsache ist für die Anwendung der fraktionierten Fällung in der analytischen Chemie von ziemlicher Bedeutung. Befinden sich bei einer fraktionierten Fällung die beiden Komponenten im Niederschlag, so sind folgende fünf Fälle zu unterscheiden:

1. Ein mechanisches Gemenge, die zweite Komponente, ist von der anderen mechanisch mitgerissen worden.

2. Die eine Komponente wird von der anderen mechanisch umhüllt.

3. Eine Komponente wird von der anderen adsorbiert.

4. Der Niederschlag besteht aus Mischkristallen, die eine Komponente ist eine isomorphe Beimengung.

5. Der Niederschlag ist ein Doppelsalz. Es können natürlich auch mehrere dieser Fälle gleichzeitig vorhanden sein. Durch die röntgenographische Untersuchung des erhaltenen Niederschlages läßt sich am einfachsten eine Unterscheidung der genannten Möglichkeiten erhalten. Während wir in den drei ersten Fällen im Röntgenogramm die Interferenzlinien der beiden Komponenten nebeneinander erhalten werden, finden wir bei Mischkristallbildung eine Änderung der Gitterdimensionen bei einer der beiden Komponenten. Liegt hingegen ein Doppelsalz vor, so enthält das Röntgenogramm neue Interferenzlinien, welche keiner der beiden Komponenten angehören. So fand G. Lunde[2]) z. B. bei CuJ—AgJ-Niederschlägen homogene Mischkristalle und bei AgCl—TlCl-Niederschlägen ein Doppelsalz.

Aber auch Mischkristallbildung durch Kontakt fester Phasen unter sorgfältiger Vermeidung von Wasserdampf konnte L. Vegard[3]) bei den Systemen KCl—KBr und HgCl—HgBr fest-

[2]) Berl. Ber. **59**, 2784—2786, 1926.

[3]) Zeitschr. f. Physik **42**, 1—14, 1927.

stellen. Er erhielt durch Zusammenreiben Mischkristalle in allen Mischungsverhältnissen, und es können daher Kristallgitter in Kontakt Atome austauschen.

Die Röntgenographie hat in einigen Fällen auch ergeben, daß die Existenz einiger chemischer Verbindungen — zumindest im kristallisierten Zustand — sehr fraglich ist. So soll z. B. $Co_2O_3$ und $Ni_2O_3$ durch vorsichtiges Erhitzen der Nitrate oder durch Schmelzen der Chloride mit $Na_2CO_3$ entstehen. Die röntgenographische Untersuchung ergab nur Interferenzlinien der Verbindungen CoO, bezw. $Co_3O_4$ bei $Co_2O_3$.

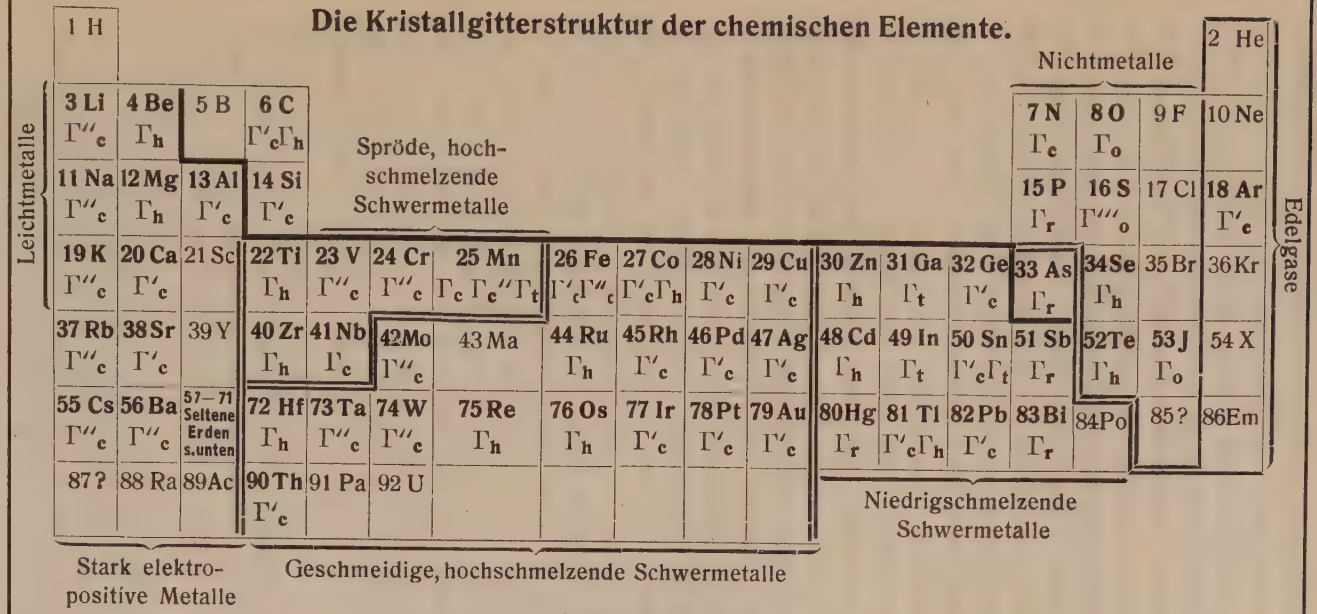
Da es trotz zahlreicher Untersuchungen noch immer nicht gelungen ist, das Wesen der Passivität der Metalle einwandfrei zu erklären, so ist die sogenannte Oxydhauttheorie bisher stets herangezogen worden. Eine röntgenographische Untersuchung von passiviertem Eisen, Nickel und Chrom durch F. Krüger[4]) lieferte in keinem Falle die Interferenzlinien irgendeines Oxydes, sondern nur diejenigen der reinen Metalle, obwohl eine Oxydhaut von $10^{-7}$ cm Dicke sicher nachweisbar gewesen wäre. Die Existenz fester Oxydschichten muß daher bei den Metallen im passiven Zustande als ausgeschlossen gelten.

G. Bredig[5]) konnte durch röntgenographische Untersuchung von katalytisch wirksamen Metallen zeigen, daß zwischen dem feinverteilten, hochaktiven Präparat und dem kompakten, schwach oder gar nicht aktiven Metall, abgesehen von der Teilchengröße, kein Unterschied festzustellen ist.

Die Mehrzahl der chemischen Elemente ist heute bereits röntgenographisch untersucht worden, und die meisten von ihnen besitzen eine kubische Kristallgitterstruktur. Kleinere Gruppen haben ein hexagonales, bezw. rhomboedrisches Raumgitter. Mit Ausnahme von Sauerstoff und Schwefel sind nicht nur die Kantenlängen der Kristallgitter durch Präzisionsmessungen bestimmt worden, sondern auch die genauen Atomlagen im Elementarkörper. Die beigegebene Tabelle in Form des periodischen Systems soll einen Überblick über den Stand der röntgenographischen Erforschung der Kristallstrukturen der chemischen Elemente geben.

[4]) Ann. d. Physik **84**, 939—948, 1927.
[5]) Zeitschr. f. physik. Chemie **126**, 41—71; 1927.

## Die Kristallgitterstruktur der chemischen Elemente.




| | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 H | | | | | | | | | | | | | | | | 2 He |
| 3 Li $\Gamma''_c$ | 4 Be $\Gamma_h$ | 5 B | 6 C $\Gamma'_c\Gamma_h$ | | | | | | | | | | 7 N $\Gamma_c$ | 8 O $\Gamma_o$ | 9 F | 10 Ne |
| 11 Na $\Gamma''_c$ | 12 Mg $\Gamma_h$ | 13 Al $\Gamma'_c$ | 14 Si $\Gamma'_c$ | | | | | | | | | | 15 P $\Gamma_r$ | 16 S $\Gamma'''_o$ | 17 Cl | 18 Ar $\Gamma'_c$ |
| 19 K $\Gamma''_c$ | 20 Ca $\Gamma'_c$ | 21 Sc | 22 Ti $\Gamma_h$ | 23 V $\Gamma''_c$ | 24 Cr $\Gamma''_c$ | 25 Mn $\Gamma_c\,\Gamma_c''\Gamma_t$ | 26 Fe $\Gamma'_c\Gamma''_c$ | 27 Co $\Gamma'_c\Gamma_h$ | 28 Ni $\Gamma'_c$ | 29 Cu $\Gamma'_c$ | 30 Zn $\Gamma_h$ | 31 Ga $\Gamma_t$ | 32 Ge $\Gamma'_c$ | 33 As $\Gamma_r$ | 34 Se $\Gamma_h$ | 35 Br | 36 Kr |
| 37 Rb $\Gamma''_c$ | 38 Sr $\Gamma'_c$ | 39 Y | 40 Zr $\Gamma_h$ | 41 Nb $\Gamma_c$ | 42 Mo $\Gamma''_c$ | 43 Ma | 44 Ru $\Gamma_h$ | 45 Rh $\Gamma'_c$ | 46 Pd $\Gamma'_c$ | 47 Ag $\Gamma'_c$ | 48 Cd $\Gamma_h$ | 49 In $\Gamma_t$ | 50 Sn $\Gamma'_c\Gamma_t$ | 51 Sb $\Gamma_r$ | 52 Te $\Gamma_h$ | 53 J $\Gamma_o$ | 54 X |
| 55 Cs $\Gamma''_c$ | 56 Ba $\Gamma''_c$ | 57–71 Seltene Erden s. unten | 72 Hf $\Gamma_h$ | 73 Ta $\Gamma''_c$ | 74 W $\Gamma''_c$ | 75 Re $\Gamma_h$ | 76 Os $\Gamma_h$ | 77 Ir $\Gamma'_c$ | 78 Pt $\Gamma'_c$ | 79 Au $\Gamma'_c$ | 80 Hg $\Gamma_r$ | 81 Tl $\Gamma'_c\Gamma_h$ | 82 Pb $\Gamma'_c$ | 83 Bi $\Gamma_r$ | 84 Po | 85 ? | 86 Em |
| 87 ? | 88 Ra | 89 Ac | 90 Th $\Gamma'_c$ | 91 Pa | 92 U | | | | | | | | | | | |

### Seltene Erden.

| | | | | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 57 La | 58 Ce $\Gamma'_c\,\Gamma_h$ | 59 Pr | 60 Nd | 61 Il | 62 Sm | 63 Eu | 64 Gd | 65 Tb | 66 Dy | 67 Ho | 68 Er | 69 Tu | 70 Yb | 71 Cp |

Bezeichnung der Gitter: $\Gamma_c$ kubisch; $\Gamma'_c$ kubisch-flächenzentriert; $\Gamma''_c$ kubisch-raumzentriert; $\Gamma_h$ hexagonal; $\Gamma_o$ rhombisch; $\Gamma'''_o$ rhombisch-allseitigflächenzentriert; $\Gamma_r$ rhomboedrisch; $\Gamma_t$ tetragonal.

Metalle und Legierungen wurden vor Einführung der Röntgenographie durch Metallmikroskopie, thermische Analyse, elektrische und thermische Leitfähigkeitmessungen, durch magnetische Verfahren, Messung des elektrolytischen Potentials, Feststellung der Härte und andere Verfahren untersucht. Alle diese Untersuchungen waren jedoch rein phänomenologisch, denn irgendwelche Versuche einer strukturellen Deutung oder eine quantitative Auswertung der erhaltenen Diagramme wurden und konnten gemäß der Erfahrung nicht gemacht werden. Den ersten Anlaß, atomististische Vorstellungen zur Erklärung des Aufbaues fester Stoffe zu verwenden, gaben die Erscheinungen der Rekristallisation und der Verfestigung durch Kaltbearbeitung. G. Tammann hat zuerst darauf hingewiesen, daß die Betrachtung thermodynamisch zu behandelnder Gleichgewichte nicht zur Beschreibung der Erfahrung genügend ist, da Zustände instabiler Art praktisch und theoretisch von bedeutendem Einfluß sind, und es unmöglich ist, sie als „Übergangszustände" dauernd zu vernachlässigen. Außer der Thermodynamik stand somit der „klassischen" Metallforschung kein anderes Hilfsmittel zur Verfügung, das von gemeinsamen Gesichtspunkten aus eine Behandlung der zahlreichen chemischen und physikalischen Erfahrungstatsachen gestattet hätte, da hierzu eine genaue Kenntnis des Aufbaues der Kristalle unumgänglich nötig gewesen wäre. Durch die Verwendung der Röntgenographie für die Erforschung des inneren Aufbaues der Metallkristalle hat die Metallforschung ein außerordentlich wertvolles Untersuchungsverfahren gewonnen, dessen Bedeutung sich trotz der bereits vorliegenden zahlreichen und wertvollen Ergebnisse[6]) noch nicht abschätzen läßt. Die röntgenographische Strukturanalyse von Legierungen liefert oft eine sichere Entscheidung in Fällen, wo die thermisch-analytische Untersuchung und andere Methoden versagen. Natürlich ist auch in nicht zweifelhaften Fällen eine Bestätigung der durch andere Methoden erhaltenen Resultate sehr erwünscht. Die röntgenographische Unter-

[6]) M. C. Neuburger, Kristallbau und Röntgenstrahlen. Stuttgart 1924. Röntgenographie des Eisens und seiner Legierungen. Stuttgart 1928.

Röntgenographie der Metalle und ihrer Legierungen. Stuttgart 1929.

Röntgenographie der metallischen Kristallarten. 3 Bde. In Handbuch der Metallographie; herausgegeben von W. Guertler. Berlin 1930. (Im Druck.)

suchung der Legierungen hat für die Probleme der Mischkristallbildung, bezw. der festen Lösungen eine Klärung und Vertiefung geliefert. Die Frage nach der Existenz von intermetallischen Verbindungen ließ sich in vielen Fällen nur durch die Röntgenographie exakt entscheiden, und anderseits wurden auch einige Fälle interessanter Übergangsglieder zwischen fester Lösung und chemischer Verbindung aufgefunden. Die festen Lösungen der Legierungen können in der Regel nur als Lösungen eines Metalls in einem anderen Metall oder in einer Metallverbindung betrachtet werden, und die früher vertretene Ansicht, daß diese festen Lösungen aus aneinander gelagerten Molekülen des Lösungsmittels und der darin gelösten Verbindung bestehen, ist als unrichtig erwiesen worden, da unter den bekannten Atomgruppierungen im Kristallgitter der metallischen festen Lösungen sich keine einzige als Molekularstruktur bezeichnen läßt. Eines der wertvollsten Ergebnisse der Röntgenographie der Legierungen ist daher, daß das chemisch Kennzeichnende nicht in irgendwelchen Molekülarten, sondern im Typus des Kristallgitters liegt. Es haben sich auch eine Reihe von Gesetzmäßigkeiten über den Aufbau von Legierungsphasen durch die Röntgenforschung ergeben, da es sich gezeigt hat, daß viele metallische Phasen strukturell analogen Kristallgitteraufbau besitzen. Dabei hat sich die interessante Tatsache ergeben, daß analoge Kristallgitterstrukturen bei metallischen Systemen durch dasselbe Verhältnis zwischen Valenzelektronenzahl und Atomzahl bedingt sind. Allerdings sind sicher noch andere Faktoren maßgebend für die Entstehung bestimmter Gitterstrukturtypen, weil das vorliegende experimentelle Material noch nicht ausreicht zur Sicherstellung dieser Regeln über die Bildung bestimmter Kristallgitter und auch Grenzen für ihre Gültigkeit festgestellt werden konnten. Durch die Röntgenographie der metallischen Systeme ist jedenfalls ein verheißungsvoller Anfang zur Auffindung der Gesetzmäßigkeiten der Bildung zusammengesetzter metallischer Phasen eingeleitet worden.

Als weiteres Beispiel aus dem Gebiete der technischen Chemie sei noch ein Problem der Keramik hochfeuerfester Stoffe kurz erwähnt, welches durch die Röntgenographie einer befriedigenden Lösung zugeführt wurde. Die Verwendung hochfeuerfester Geräte

aus Zirkondioxyd litt an dem Übelstand des Reißens dieser Geräte bei stärkerem Temperaturwechsel. Die Ursache dafür wurde in der möglichen Existenz verschiedener Modifikationen von Zirkondioxyd vermutet. Durch röntgenographische Untersuchungen gelang es O. Ruff und F. Ebert[7]), die tatsächliche Existenz zweier Modifikationen des Zirkondioxyds sicher festzustellen. Weiter ergab eine systematische Röntgenuntersuchung des Systems $ZrO_2$—MgO das Auftreten einer bestimmten kubischen Struktur, welche die Herstellung brauchbarer hochfeuerfester Geräte aus Zirkondioxyd unter Zusatz von Magnesiumoxyd ermöglicht, bei welchen keine strukturellen Veränderungen bei schroffem Temperaturwechsel mehr eintritt.

Auf die wichtigen und interessanten Ergebnisse der röntgenographischen Untersuchungen von Zellulose, Seide und Kautschuk sei zum Schluß noch hingewiesen.

Obwohl wir nur einige wenige Beispiele für die Bedeutung der Röntgenographie in ihrer Anwendung auf chemische Probleme bringen konnten und dabei äußerste Kürze walten ließen, hoffen wir doch, den großen Wert dieser neuen, erfolgreichen Forschungsmethode nachgewiesen zu haben.

[7]) Zeitschrift f. anorgan. Chemie, **180**, 19—41, 1929.

# Über einen Hochspannungsgenerator für Materialuntersuchungen.

Von **M. Jona**, Wien.

(Mit 2 Abbildungen im Text und einer Tafel.)

Die Frage der Atomzertrümmerung mittels sehr rascher Kathodenstrahlen hat die Konstruktion leistungsfähiger Hochspannungsgeneratoren für Laboratoriumszwecke angeregt. Als besondere Anforderung wird an solche Anlagen die Zusammendrängung auf einen möglichst kleinen Raum und ihre Verwendbarkeit zu den verschiedenartigsten Schaltungen gestellt.

Hohe Wechselspannungen mit technischen Transformatoren herzustellen, bietet heute bei Anwendung von gestaffelten Transformatoren mit Schubwicklungen keine besonderen Schwierigkeiten mehr. So wurde z. B. am 19. Juli 1929 im Prüffeld der Koch & Sterzel A. G., Dresden, vor dem Verband sächsischer Elektrizitätswerke und dem Dresdener Elektrotechnischen Verein eine solche Anlage zum erstenmal in Europa in Betrieb vorgeführt, die 2,8 Millionen Volt symmetrische Scheitelspannung gegen Erde lieferte (5 m Schlagweite) und deren eine Hälfte also 1,4 Millionen Volt mit einer Schlagweite von rund 2,5 m gegen Erde ergab.

Zum Betrieb einer Röntgenröhre oder einer Lenardröhre ist jedoch die Wechselspannung nicht geeignet. Die Gefahr der sogenannten Rückzündung ist hierbei zu groß. Bekanntlich beherrscht die heutige Hochvakuumtechnik die Erscheinungen, die bei extrem hohen Spannungen in den Röhren auftreten, noch nicht vollständig. Die Erfahrung hat gezeigt, daß bei solchen extrem hohen Spannungen Entladungen auftreten, die möglicherweise infolge auto-elektronischer Emission (Spitzenwirkung), Gleitfunkenbildung, plötzlicher Gasentladung und dadurch verursachter Durchschläge die Röhren zerstören. Wir sind also darauf

angewiesen, gerade bei den höchsten Spannungen gleichgerichtete Hochspannungsimpulse an die Röhre zu legen und zu diesem Zweck hochgespannte, konstante oder pulsierende Gleichspannung zu erzeugen.

Die Schaltung der im folgenden beschriebenen Apparatur, des Kathodos-Apparats der Fa. Koch & Sterzel A. G., Dresden, setzt sich ebenso wie die bekannte Liebenow-Delon-Greinacher-Verdopplungsschaltung[1]) und die noch ältere Schaltung von Bibollini und Riboni im wesentlichen aus zwei einfachen Hull-Elementen zusammen, die aber nicht wie bei diesen Schaltungen symmetrisch am gleichen Transformator angelegt sind, sondern die sozusagen im Wechseltakt arbeiten.

Ein solches Hull-Element besteht bekanntlich aus Transformatorwicklung, Kondensator und Ventil. Während einer Halbperiode des Wechselstromes wird der Kondensator auf die Transformatorscheitelspannung aufgeladen; während der nächsten Halbperiode ändert sich die Polarität an der Transformatorwicklung, und da die Ladung vom Kondensator nicht durch das Ventil abfließen kann, herrscht an den Enden der Ventilröhre die doppelte Scheitelspannung des Transformators. Legt man nun ein zweites solches Element an die Transformatorwicklung, jedoch derart, daß an dem Ende, wo beim ersten Hull-Element ein Kondensator angeschlossen ist, beim zweiten das Ventil liegt und umgekehrt, so fügt sich jedesmal, wenn am Ventilrohr die doppelte Scheitelspannung des Transformators liegt, auf der andern Seite noch die einfache Scheitelspannung am Kondensator hinzu und man erhält zwischen den beiden Verbindungspunkten, wo je ein Ventil und ein Kondensator zusammenstoßen, pulsierende Gleichspannung, die zwischen dem einfachen und dem dreifachen Scheitelwert der Transformatorspannung schwankt.

Der Vorzug dieser Schaltung ist nicht nur darin zu suchen, daß man mit einem Transformator relativ niedriger Spannung die dreifache Spannung erzeugen kann, sondern besonders auch darin, daß jeder Kondensator nur mit der einfachen Transformatorspannung und jedes Ventil nur mit der doppelten Transformatorspannung beansprucht werden. Dieser Vorteil ist um so beachtens-

[1]) Jona, Beitrag zur Theorie der Kondensatorapparate zur Erzeugung hoher Gleichspannung für Röntgenzwecke. Z. f. techn. Physik V, 9. 1924.

werter, als die Spannungen, für welche die heutigen Ventilröhren gebaut werden können, und bei denen sie betriebssicher längere Lebenszeiten erreichen, relativ niedrig sind und nur an zirka 220 kV heranreichen, und daß also mit solchen Ventilröhren, die nur mit etwa 200 kV dauernd belastbar sind, 300 kV betriebssicher erzeugt werden könnenn.

Zum Betrieb von Röhren mit geerdeter, etwa mit fließendem Wasser gekühlter Antikathode oder geerdetem Lenardfenster ist der Apparat so gebaut, daß ein Punkt der Hochspannung geerdet werden kann. Er liefert also 300 kV gegen Erde. In Verbindung mit einem zweiten identischen Aggregat, dessen anderer Hochspannungspol geerdet ist, erhält man dann eine Spannung, die zwischen 200 kV und 600 kV pulsiert.

Durch einen Zusatz kann die zwischen V und 3 V pulsierende Spannung mittels eines weiteren Ventils und eines weiteren Kondensators in konstante Gleichspannung vom dreifachen Betrag der Transformatorscheitelspannung verwandelt werden. Hierbei werden wieder die Ventile nicht höher als mit 2 V belastet. Nur die Endkapazität hat die vollen 3 V auszuhalten. Diese letzte Sammelkapazität ist aber in drei Kondensatoren unterteilt worden, so daß auch diese wieder nur mit der einfachen Transformatorspannung belastet sind. Durch Verwendung eines vierten Ventils ist schließlich dafür gesorgt, daß die gewünschte Spannungsverteilung an den Kondensatoren stets erhalten bleibt und keine Überbeanspruchung der Kondensatoren auftreten kann.

Die vollständige Anlage ist in Tafel VII wiedergegeben. Im Hintergrund steht der Hochspannungstransformator mit seinen zwei ungleichen Porzellanisolatoren. Da ein Pol der Hochspannung geerdet werden kann, werden die beiden Enden der Hochspannungswicklung des Transformators unsymmetrisch gegen Erde beansprucht, und es muß der eine Pol für die volle Transformatorspannung, also 100 kV, der andere aber für die doppelte, also 200 kV, gegen Erde isoliert werden. Die beiden vertikalen Säulen im Vordergrund sind die beiden Kondensatoren der zwei Hull-Elemente mit ihrer isolierten Aufstellung. Sie dienen gleichzeitig als Träger zweier Heiztransformatoren für die zwei Ventile der Hull-Elemente, die man zwischen den Kondensatoren und auf der großen Transformatordurchführung sieht. Die beiden anderen

Ventile sind in die Hochspannungsleitung eingefügt und die drei Endkapazitäten horizontal angeordnet und entsprechend ihrem Potential gegen Erde einfach, bezw. doppelt isoliert. Die ganze Anlage kann von einem Tisch mit Fernregler gesteuert werden und gestattet die stetige Regulierung der Spannung von 0 bis 300 kV gegen Erde. Sie nimmt insgesamt einen Raum von zirka $2 \times 3$ m ein und hat eine Höhe von zirka 2,40 m.

Zum Schluß sei noch auf das Lenardrohr hingewiesen, dessen Ansicht und Querschnitt in Abb. 1 wiedergegeben sind und zu dessen Betrieb der Kathodos-Apparat erstmalig gebaut worden ist.

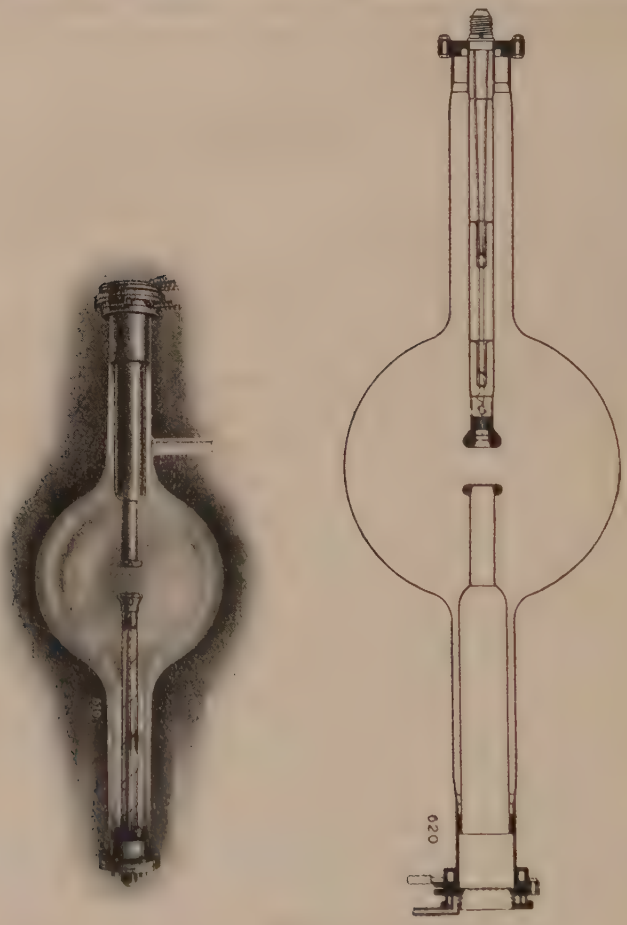



Abb. 1.

Das Rohr besitzt in der wiedergegebenen Ausführungsform der Fa. C. H. F. Müller, Hamburg, ein Lenardfenster, welches sehr intensiv gekühlt werden und zwecks ökonomischer Ausnützung der Kathodenstrahlen möglichst nahe an die zu bestrahlenden Objekte herangebracht werden muß. In Abb. 2 sind die Einzelteile des zerlegten Rohres nebeneinander gelegt. Die in der Mitte liegende

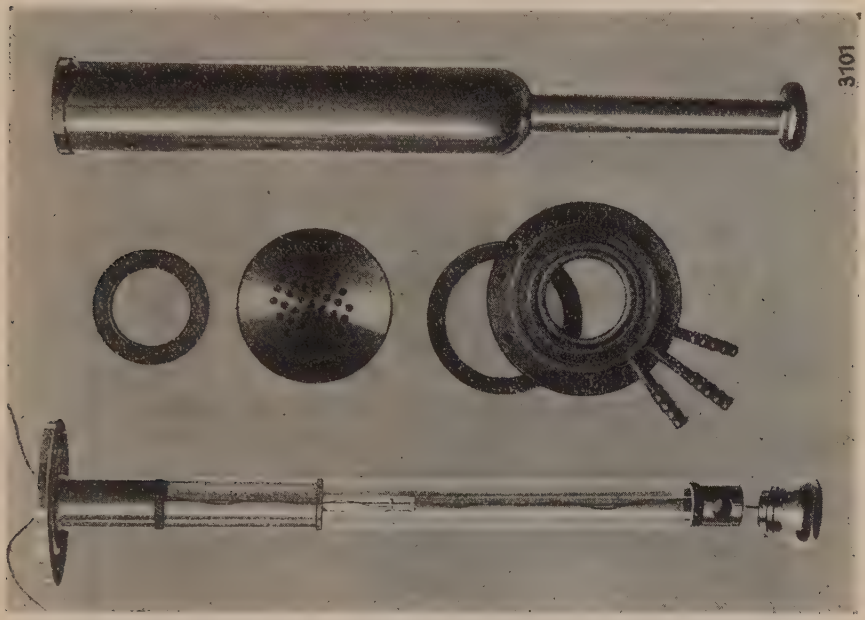



Abb. 2.

Scheibe mit den vielen Bohrungen ist der Träger des Lenardfensters; jede Bohrung ist durch die extrem dünne Metallfolie abgedeckt. Die übrigen Ringe dienen zur Dichtung und Kühlung. Daher liegt dieses Fenster direkt an Erde, während der Glühkathode bis zu — 300 kV gegen Erde durch den Kathodos-Apparat zugeführt wird. Natürlich kann der Apparat auch zu spektral-analytischen Arbeiten, zu Werkstoffuntersuchungen mit Röntgenstrahlen und nicht zuletzt auch zu Werkstoffuntersuchungen mit Hochspannung (Isolationsprüfungen, Durchschlagsprüfungen usw.[2]) selbst verwendet werden.

[2]) Jona, Beitrag zur technischen Materialuntersuchung mittels Röntgenstrahlen. Z. d. Österr. I. u. A. V., Heft 41/42, 1929.

# Bericht der Tagung

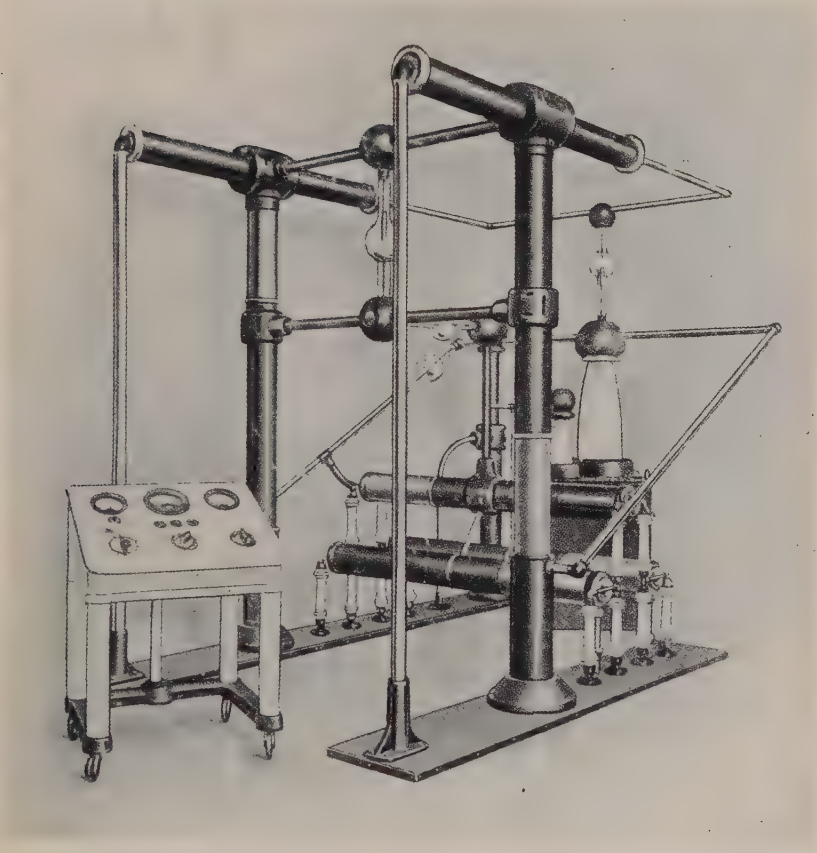
des

Deutschen und Oesterreichischen Verbandes für Materialprüfungen der Technik

**Verhandlungen über Mikrochemie**

**ist als Separatabdruck der „Mikrochemie", Jahrgang VII, 1929 erschienen und zum Preis von RM 3·— durch jede Buchhandlung zu beziehen**

**M. Jona**, Über einen Hochspannungsgenerator f. Materialuntersuchungen.



Kathodos-Apparat.

Verlag von **Emil Haim & Co.**, Wien und Leipzig

# Eine neue fahrbare Röntgeneinrichtung für Werkstattbetrieb.

Von V. Swietochowski, Wien.

(Mit einer Abbildung im Text und einer Tafel.)

Die Untersuchung von schweren Werkstücken in metallverarbeitenden Industrieunternehmungen kann nicht immer mit den bisher gebräuchlichen Untersuchungsmethoden restlos durchgeführt werden. Insbesondere dort, wo die Feststellung der Homogenität der Werkstücke eine unerläßliche Notwendigkeit ist, wird man außer den bisher gebräuchlichen Untersuchungsmethoden noch zur Röntgenprüfung greifen müssen. Nun existierten bereits eine ganze Reihe derartiger Röntgenapparaturen, die aber zum größten Teil den einen Nachteil hatten, daß sie in einem Laboratorium fix montiert waren, so daß man alle zu untersuchenden Werkstücke in dieses Laboratorium bringen mußte. Da dies vielfach mit mehr oder minder schwierigen Transportarbeiten verbunden war, Zeitverlust zur Folge hatte und auch sonstige Unbequemlichkeiten mit sich brachte, hat die Siemens-Reininger-Veifa Ges. m. b. H., diesen Erwägungen Rechnung tragend, eine fahrbare Röntgeneinrichtung für Werkstattbetrieb geschaffen.

Wie aus Tafel VIII ersichtlich, ist der Hochspanunngserzeuger mit sämtlichen notwendigen Meßinstrumenten, Schaltern, Isolatoren usw. in einem festen Gehäuse aus Profileisen untergebracht. Die kleinen Abmessungen dieses Gehäuses (Grundfläche $100 \times 160$ cm, größte Höhe 230 cm) gestatten, die Einrichtung z. B. auf einem Elektrokarren rasch nach verschiedenen Werkstätten zu transportieren.

Die Leistung des Röntgenapparats ist so bemessen, daß sie für alle praktisch vorkommenden Untersuchungen ausreicht. Der Schalttisch ist nicht von der Anlage getrennt, sondern in Form

eines Schaltpultes an das Gehäuse angebaut. Während des Transports läßt sich dieses Pult in das Gehäuse hineinklappen und wird nur während der Arbeit in die in der Abbildung gezeigte Lage gebracht.

Um mit den oben angeführten kleinen Dimensionen das Auslangen zu finden, wurde auf eine Villardschaltung gegriffen, die aus relativ wenigen Einzelteilen (1 Hochspannungstransformator, 2 Kondensatoren mit eingebauten Heiztransformatoren für die Röntgenröhre und die Ventilröhre und 1 Ventilröhre) besteht.

Abb. 1 zeigt das prinzipielle Schaltbild der Anlage. Die maximale Leistung des Apparats beträgt 180 kV an der Röntgenröhre bei 15 mA im Dauerbetrieb.

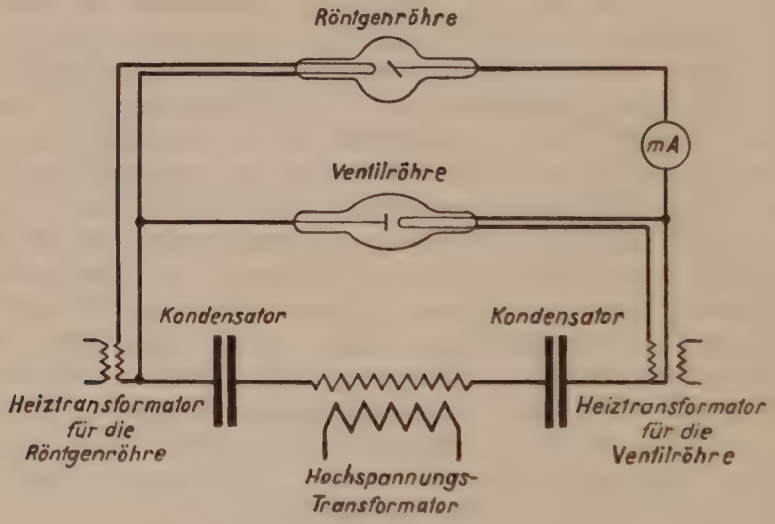



Abb. 1.

Bei Durchstrahlung von Materialien genügen die wenigen Spannungsstufen, die man durch Anzapfungen in einem Stufentransformator erzielen kann, nicht, deshalb wurde, um alle zwischen den einzelnen Stufen liegenden Spannungen einregulieren zu können, ein induktiver Feinregler angeordnet, der es ermöglicht, die Spannung kontinuierlich auf jeden Wert zwischen zirka 50 kV und 180 kV einzustellen.

Die Primärwicklung des Hochspannungstransformators ist also

nicht mit Anzapfungen versehen worden. Für diesen Transformator wurde ein festes Übersetzungsverhältnis von 220 auf 66.000 V gewählt.

Auf dem Schaltpult befinden sich folgende Schalt-, Meß- und Regulierorgane:

1 Betriebsschalter zum Einschalten der Hochspannung.

1 Kurbelschalter mit induktivem Feinregler zur Einstellung der Hochspannung.

1 Spannungszeiger für einen Meßbereich bis 260 V zur Messung der dem Hochspannungstransformator primär aufgedrückten Spannung; aus dem festen Übersetzungsverhältnis ergibt sich dann sofort der Wert der Hochspannung.

1 Heizstromschalter für verschiedene Bereiche für die Röntgenröhre, dazu gehörig:

1 Regulierwiderstand.

1 Voltmeter bis 80 V zur Messung der dem Röntgenröhrenheiztransformator primär aufgedrückten Spannung.

1 Heizstromschalter für die Ventilröhre, dazu gehörig:

1 Regulierwiderstand für die Ventilröhrenheizung.

1 Voltmeter bis 140 V zur Einstellung und Kontrolle der Ventilröhrenheizung.

2 Sicherungen für je 25 A.

Der Regeltransformator befindet sich hinter dem herausklappbaren Schaltpult und ist mit diesem durch bewegliche Leitungen verbunden. Der Röhrenstrom kann an einem Milliamperemeter abgelesen werden, das sich im Innern des Gehäuses befindet. Die Maschen des Drahtgeflechtes sind genügend groß, so daß Skala und Zeiger des Instruments bequem wahrgenommen werden können. Der Anschluß des Apparats an das Netz erfolgt durch flexible Anschlußschnur mit Stecker.

Die Röntgenröhre wird in ein Stativ eingeklemmt, das an dem Winkeleisengestell befestigt ist. Der Ausleger mit dem Röhrenhalter läßt sich an dem Stativ in vertikaler Richtung verschieben, ist auch im geringen Maße zur genauen Einstellung der Röntgenröhre schwenkbar. Bei entfernter Röntgenröhre läßt sich der Ausleger ganz nahe an das Apparatgehäuse heranbringen, um beim Transport Beschädigungen zu vermeiden.

Bei den fast durchweg nötigen langen Belichtungszeiten mit

großen mA-Belastungen und hoher Spannung müssen Röntgenröhren mit Umlaufkühlung verwendet werden. Zu diesem Zwecke ist im Gehäuse auch eine Ölpumpe mit einem entsprechend großen Ölbehälter aufgestellt. Die Verbindung der Ölpumpe mit der Röntgenröhre geschieht durch fest verlegte Metallrohre und zwei kurze Stücke Gummischlauch.

Der Antriebsmotor der Ölpumpe wird zwangläufig mit dem Einschalten des Hochspannungsschalters in Betrieb gesetzt, so daß auf die Kühlung nie vergessen werden kann.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß der vorbeschriebene Apparat für alle in einer Werkstatt notwendig werdenden Prüfungen geeignet ist. Besonderes Gewicht wurde auf eine solide Konstruktion des Gehäuses gelegt; es wurden durchweg stark dimensionierte Walzprofile verwendet, so daß der Apparat gegebenenfalls auch mittels Kran transportiert werden kann, ohne daß eine Beschädigung befürchtet werden müßte. Aus alledem ergibt sich die besondere Eignung dieser Anlage zur Untersuchung großer Kesseln, Brückenkonstruktionen, Schweißnähten bei großen Werkstücken und dergleichen.

Die fahrbare Röntgeneinrichtung der Siemens-Reiniger-Veifa Ges. m. b. H. genügt also allen Anforderungen, die ein Industrieunternehmen an eine derartige Apparatur stellen kann.

Eigentümer, Herausgeber und Verleger: Emil Haim & Co., Wien, I., Maria-Theresien-Straße 10.
Für den Inhalt verantwortlich: Dr. Fritz Regler, Wien, VI., Schmalzhofgasse 28.
Druck: „Elbemühl", Wien, IX., Berggasse 31.

**V. Swietochowski:** Eine neue fahrbare Röntgeneinrichtung für Werkstattbetrieb.

Verlag von **Emil Haim & Co.**, Wien und Leipzig